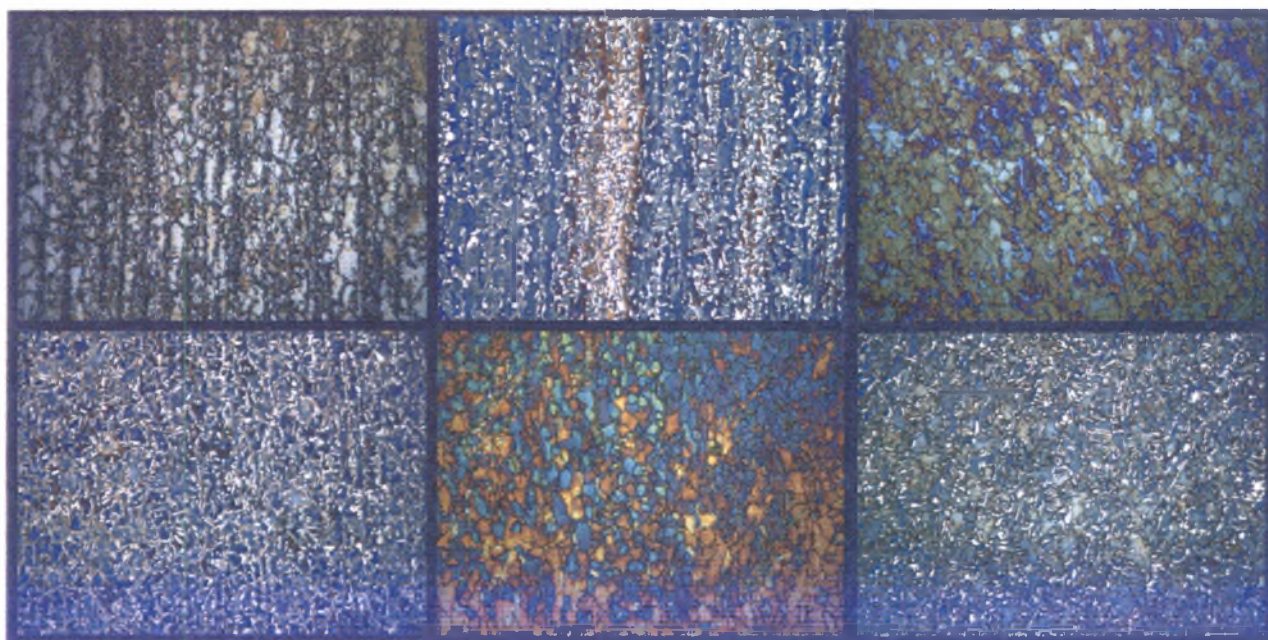


ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ
ΠΟΛΥΤΕΧΝΙΚΗ ΣΧΟΛΗ
ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΑΣ

ΚΑΤΣΑΡΟΣ ΘΩΜΑΣ



ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

Με θέμα:

“Μεταλλογραφική ανάλυση πολυφασικών χαλύβων διπλής
φάσης (DP) και πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP) ”

ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ: Γ. Ν. Χαϊδεμενόπουλος

Βόλος, Σεπτέμβριος 2003



**ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ
ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗΣ & ΠΛΗΡΟΦΟΡΗΣΗΣ
ΕΙΔΙΚΗ ΣΥΛΛΟΓΗ «ΓΚΡΙΖΑ ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ»**

Αριθ. Εισ.: 2483/1
Ημερ. Εισ.: 27-02-2004
Δωρεά: _____
Ταξιθετικός Κωδικός: ΠΤ ΜΜΒ
2003
ΚΑΤ

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ
ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ



004000070532

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η τεράστια εξάρτηση των ιδιοτήτων των χαλύβων από την μικροδομή, ωθεί στην ανάγκη για βέλτιστη απεικόνιση της μικροδομής για την κατανόηση αυτής της εξάρτησης. Οι πολυφασικοί χάλυβες, που πλέον έχουν αρχίσει να χρησιμοποιούνται στην αυτοκινητοβιομηχανία, παρουσιάζουν αυξημένη ολκιμότητα, αντοχή σε εφελκυσμό και δυσθραυστότητα, που σε συνάρτηση με την μεγάλη αντοχή τους, τους καθιστούν το μέλλον της μεταλλουργίας των χαλύβων. Η παρουσία όμως στους χάλυβες αυτών των τριών ή και τεσσάρων φάσεων, επιβάλλει και την ανάπτυξη βελτιωμένων μεταλλογραφικών τεχνικών και χημικών αντιδραστηρίων για την πλήρη απεικόνιση της μικροδομής τους.

Κατά τη διάρκεια της παρούσας εργασίας εφαρμόστηκαν και ελέγχθηκαν διάφορα χημικά αντιδραστήρια που ως σκοπό είχαν να απεικονίσουν την κάθε φάση του χάλυβα με διαφορετική απόχρωση, με σκοπό τον οπτικό διαχωρισμό στο μικροσκόπιο. Δύο από αυτά έδωσαν αρκετά καλά αποτελέσματα, διαχωρίζοντας σαφώς τον φερρίτη, τον μπαινίτη και τον ωστενίτη.

Ο πιο δύσκολος διαχωρισμός, όπως φάνηκε κατά την πορεία της εργασίας είναι ο διαχωρισμός του παραμένοντα ωστενίτη από τον μαρτενσίτη. Ο διαχωρισμός αυτός δεν επετεύχθη εν τέλει, ούτε με την χρήση διαφόρων χημικών αντιδραστηρίων αλλά ούτε και με την χρήση θερμικών κατεργασιών, όπως η ανόπτηση.

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον καθηγητή μου Γ. Ν. Χαϊδεμενόπουλο για τις πολύτιμες συμβουλές του και τις καίριες επισημάνσεις του κατά τη διάρκεια της διπλωματικής αυτής εργασίας. Ήταν η προσωπικότητα του και η έμπνευση που ενέπνεε που με τράβηξαν εξ αρχής στο εργαστήριο των υλικών.

Θα ήθελα επίσης να ευχαριστήσω τον Α.. Κατσαμά για την συνεργασία που μου προσέφερε, για τις θεωρητικές γνώσεις που μου παρείχε, αλλά και για την βοήθεια σε θέματα εργαστηρίου και βιβλιογραφικών πηγών.

Θα ήταν παράλειψη να μην ευχαριστήσω την ψυχή του εργαστηρίου, τον Ν. Χασιώτη ο οποίος ήταν και ο πρώτος από τον οποίο έμαθα τον εξοπλισμό του εργαστηρίου, που με βοήθησε σε κάθε μου πρόβλημα στην πειραματική πορεία της διπλωματικής μου εργασίας και μου παρείχε σημαντικές συμβουλές. Πάνω από όλα όμως, θα πρέπει να τον ευχαριστήσω για την φιλία του που μου χάρισε και έκανε να νιώσω το εργαστήριο, κατά την διάρκεια των δύο χρόνων της παρουσίας μου, σπίτι μου.

Ευχαριστώ, επίσης τους Α. Ζερβάκη, Ε. Καμούτση και Σ. Σαμαρά για την υποστήριξη που μου παρείχαν και την βοήθεια στον χειρισμό του εξοπλισμού.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω επίσης τον καθηγητή Β. Μποντόζογλου και τις συνεργάτες του Κ. Σερίφη και Κ. Αργυριάδη για την αμέριστη εμπιστοσύνη που έδειξαν στο πρόσωπό μου και μου επέτρεπαν να δανείζομαι αναλώσιμα από το εργαστήριο τους καθώς και να χρησιμοποιώ τον εξοπλισμό του εργαστηρίου.

Ευχαριστώ ιδιαίτερος όλους τους συναδέλφους μου για την ψυχολογική υποστήριξη και την παρέα στις κουραστικές ώρες εργασίας στο πανεπιστήμιο

Τέλος θα ήθελα να ευχαριστήσω περισσότερο από όλους την σύζυγό μου Ιορδάνα για την υπομονή που έκανε σε όλη την διάρκεια των σπουδών μου και της διπλωματικής μου εργασίας, καθώς και τους γονείς μου που οδήγησαν με το όραμά τους το κάθε μου βήμα και μου παρείχαν ψυχολογική και οικονομική υποστήριξη σε όλη τη διάρκεια των πενταετών σπουδών μου.

Ως ελάχιστη ανταπόδοση τους αφιερώνω την παρούσα εργασία

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	1
1.1 Αντικείμενο της εργασίας.....	1
1.2 Στόχοι.....	2
1.3 Μεθοδολογία.....	3
 ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ	5
2.1 Εισαγωγή.....	5
2.2 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός.....	7
2.2.1 Εισαγωγή.....	7
2.2.2 Χαρακτηριστικά του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού.....	7
2.2.3 Πυρήνωση του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού.....	9
2.2.4 Μορφολογία της μαρτενσιτικής φάσης.....	11
2.2.5 Μηχανικές επιδράσεις στο μαρτενσιτικό μετασχηματισμό.....	11
2.3 Πλαστικότητα μετασχηματισμού.....	11
2.3.2 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός υποβοηθούμενος από την τάση (Stress assisted).....	12
2.3.3 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός επιβαλλόμενος από την παραμόρφωση (Strain induced).....	13
2.4 Μπαινιτικός μετασχηματισμός.....	13
2.4.1 Άνω μπαινίτης.....	14
2.4.2 Κάτω μπαινίτης.....	14
2.5 Χάλυβες διπλής φάσης (Dual Phase steels).....	15
2.6 Χάλυβες TRIP.....	16
2.7 Παραγωγή μικροδομής TRIP.....	17
 ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ	19
3.1 Υλικά.....	19
3.2 Χάλυβες DP500, DP600, TRIP800.....	19
3.2.1 Μηχανικές ιδιότητες.....	19
3.2.2 Μέγεθος κόκκων – Ποσοτικοποίηση φάσεων.....	21
3.3 Χάλυβες TRIP1 και TRIP2.....	22
3.3.1 Θερμική κατεργασία και μηχανικές ιδιότητες.....	22
3.3.2 Διακοπτόμενες δοκιμές εφελκυσμού – Μετρήσεις παραμένοντα ωστενίτη.....	23
3.4 Μεταλλογραφική ανάλυση.....	26
3.4.1 Nital.....	26
3.4.2 Beraha.....	28
3.4.3 Klemm.....	28
3.4.4 LePera.....	29
3.4.5 Modified LePera.....	30

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ – ΣΥΖΗΤΗΣΗ	
ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ.....	32
4.1 Μεταλλογραφία χαλύβων TRIP.....	32
4.1.1 Nital	32
4.1.2 LePera	33
4.1.3 Klemm I	38
4.1.4 Beraha	44
4.1.5 Modified LePera	45
4.2 Μεταλλογραφία χαλύβων διπλής φάσης.....	46
 ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ – ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ	
ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ.....	49
5.1 Nital	49
5.2 Beraha – Modified LePera	49
5.3 LePera.....	50
5.4 Klemm I.....	53
 Παράρτημα1.....	58
Παράρτημα 2.....	74
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	77

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ ΕΙΚΟΝΩΝ – ΠΙΝΑΚΩΝ

Εικόνα 2.1	Σύγκριση αντοχής εφελκυσμού – ολικής παραμόρφωσης για διάφορες κατηγορίες χαλύβων.....	6
Εικόνα 2.2	Καμπύλες ελεύθερης ενέργειας σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία για τη μητρική (ωστενίτης) και μαρτενσιτική φάση.....	9
Εικόνα 2.3	Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός σε σωματίδια κράματος Fe – 30% Ni.....	10
Εικόνα 2.4	Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός συναρτήσει της θερμοκρασίας και της επιβαλλόμενης τάσης.....	12
Εικόνα 2.5	Θερμική κατεργασία παραγωγής μικροδομής TRIP.....	18
Εικόνα 3.1	Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη στον TRIP1 κατά τη δοκιμή εφελκυσμού.....	25
Εικόνα 3.2	Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη στον TRIP2 κατά τη δοκιμή εφελκυσμού.....	25
Εικόνα 4.1	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1 έπειτα από χημική προσβολή με Nital 2% για 15 sec.....	33
Εικόνα 4.2	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1, που έχει υποστεί μπεινιτικό μετασχηματισμό στους 400 °C για 200 sec και παραμορφώθηκε κατά την δοκιμή εφελκυσμού κατά 20%, μετά από προσβολή με LePera για 35 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	35
Εικόνα 4.3	Λεπτομέρεια της Εικόνας 4.2.....	36
Εικόνα 4.4	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP700, hot-rolled μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	37
Εικόνα 4.5	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP700 αμέσως μετά την έλαση (full hard), μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	38
Εικόνα 4.6	Μεταλλογραφία δοκιμίου από τον χάλυβα TRIP1, που έχει υποστεί μπεινιτικό μετασχηματισμό στους 400 °C για 200 sec και παραμορφώθηκε κατά την δοκιμή εφελκυσμού κατά 20%, μετά από προσβολή με Klemm I για 60 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	40
Εικόνα 4.7	Λεπτομέρεια της Εικόνας 4.7.....	41
Εικόνα 4.8	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP2 μετά από προσβολή με Klemm I για 2 min και σε μεγέθυνση 1000x.....	42
Εικόνα 4.9	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP800 μετά από προσβολή με Klemm I για 1 min και σε μεγέθυνση 500x.....	43
Εικόνα 4.10	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP800 μετά από προσβολή με Klemm I για 1 min και σε μεγέθυνση 1000x.....	43
Εικόνα 4.11	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1 μετά από προσβολή με Beraha I για 90 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	44
Εικόνα 4.12	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1 μετά από προσβολή με Modified LePera για 20 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	45
Εικόνα 4.13	Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα DP600 μετά από προσβολή με LePera για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x.....	46

Εικόνα 4.14	Μεταλλογραφία χάλυβα τη κατηγορίας DP500 μετά από προσβολή με <i>LePera</i> για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x.	47
Εικόνα 4.15	Μεταλλογραφία χάλυβα διπλής φάσης της κατηγορίας DP500 μετά από προσβολή με <i>LePera</i> για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x. Το δοκίμιο έχει υποστεί ανόπτηση.....	48
Εικόνα 5.1	Φωτογραφία του χάλυβα διπλής φάσης DP600 σε μεγέθυνση 200x μετά από χημική προσβολή με <i>LePera</i> για 25 sec. Ξεχωρίζει ο διαφορετικός βαθμός προσβολής σχεδόν ακτινικά ως προς το κέντρο του δοκιμίου.	51
Εικόνα 5.2	Φωτογραφία από το κέντρο δοκιμίου χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με <i>LePera</i> για 25 sec. Φερρίτης → καφέ Μαρτενσίτης → άσπρο Καρβίδια → μαύρα.....	52
Εικόνα 5.3	Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο αυτή την φορά όμως ενδιάμεσα από το κέντρο και το άκρο του δοκιμίου. Φερρίτης → καφέ και μπλε Μαρτενσίτης → άσπρο Καρβίδια → μαύρα.....	52
Εικόνα 5.4	Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο από το άκρο του δοκιμίου. Φερρίτης → καφέ και μπλε Μαρτενσίτης → καφέ Καρβίδια → μαύρα.....	53
Εικόνα 5.5	Φωτογραφία από δοκίμιο χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με <i>LePera</i> για 25 sec.	54
Εικόνα 5.6	Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με <i>Klemm I</i> για 35 sec.	55
Εικόνα 5.7	Φωτογραφία από το δοκίμιο χάλυβα πλαστικότητας μετασχηματισμού TRIP1 μετά από χημική προσβολή με <i>Klemm I</i> για 60 sec.	56
Πίνακας 3.1:	Χημικές συστάσεις των χαλύβων που χρησιμοποιήθηκαν.....	20
Πίνακας 3.2:	Μηχανικές ιδιότητες TRIP800, DP500, DP600.....	21
Πίνακας 3.3:	Μέγεθος κόκκων και ποσοστά φάσεων στους χάλυβες διπλής φάσης DP500 και DP600.....	21
Πίνακας 3.4:	Μέγεθος κόκκων και ποσοστά φάσεων στον χάλυβα TRIP800.....	22
Πίνακας 3.5:	Θερμικές κατεργασίες των TRIP1 και TRIP2.....	23
Πίνακας 3.6:	Μηχανικές ιδιότητες των TRIP1 και TRIP2.....	23
Πίνακας 3.7:	Μετρήσεις παραμένοντα ωστενίτη στους TRIP1 και TRIP2	24
Πίνακας 3.8:	Χημικές συστάσεις των αντιδραστηρίων που χρησιμοποιήθηκαν και συνιστώμενοι χρόνοι	31

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1.1 Αντικείμενο της εργασίας

Το βασικότερο ζήτημα που πραγματεύεται αυτή η εργασία είναι η διερεύνηση κατάλληλων μεταλλογραφικών μεθόδων για την αποκάλυψη της μικροδομής χαλύβων. Πιο συγκεκριμένα, κατά τη διάρκεια αυτής της μελέτης εξετάστηκαν αντιδραστήρια και δοκιμάστηκαν μεταλλογραφικές μέθοδοι κυρίως σε χάλυβες που εμπεριέχουν στη μικροδομή τους περισσότερες από δύο φάσεις.

Ως γνωστόν, μια μεταλλογραφική ανάλυση, αποτελείται από διάφορες φάσεις επεξεργασίας του δοκιμίου, για να παραχθεί από το κομμάτι που έρχεται στο εργαστήριο από τη βιομηχανία ή τη χαλυβουργία η φωτογραφία στην οποία μπορούν να παρατηρηθούν τα χαρακτηριστικά της μικροδομής. Οι φάσεις αυτές είναι κατά σειρά επεξεργασίας η κοπή, ο εγκιβωτισμός, η λείανση, η στίλβωση, η χημική προσβολή και τέλος η οπτική μικροσκοπία – φωτογράφιση.

Μία από τις σημαντικότερες φάσεις επεξεργασίας είναι η χημική προσβολή. Εκεί όπου από την λεία επιφάνεια που έχει δημιουργηθεί στο δοκίμιο μετά από την στίλβωση πρέπει να δημιουργηθεί μια επιφάνεια με επιφανειακές ανισοπεδότητες, με σκοπό την διάκριση των διαφόρων φάσεων λόγω σκίασης του φωτός του μικροσκοπίου. Για την πολύ λεπτή αυτή εργασία, που εμπεριέχει την γνώση αρκετών επιστημών όπως γενική χημεία και φυσική, αλλά και πιο εξειδικευμένες όπως η φυσική μεταλλουργία, πολλές μελέτες έχουν διενεργηθεί και έχουν δώσει αποτελέσματα από το γνωστότερο αντιδραστήριο όλων, το *Nital*, μέχρι και πιο σύγχρονα και περίπλοκα όπως τα *Klemm* και *Beraha*, μιλώντας πάντα για χάλυβες.

Το *Nital* είναι ένα αντιδραστήριο σχεδιασμένο κυρίως για φερριτο–περλιτικούς χάλυβες όπου οι δύο φάσεις, φερρίτης και σεμεντίτης διαχωρίζονται εύκολα στην ασπρόμαυρη εικόνα που παρουσιάζεται στο δοκίμιο με την ανοιχτόχρωμη φάση να είναι ο φερρίτης και την σκουρόχρωμη ο σεμεντίτης. Τα πράγματα όμως περιπλέκονται όταν προς μελέτη και χαρακτηρισμό παρουσιάζονται πιο περίπλοκες δομές, όπου τρεις ή και τέσσερις φάσεις είναι διασκορπισμένες στο δοκίμιο

1.2 Στόχοι

Δομές όπως αυτή που αναφέρεται παραπάνω, με πολλές εμπλεκόμενες φάσεις, συναντώνται σε χάλυβες νέας τεχνολογίας όπως τους χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP) αλλά και τους χάλυβες διπλής φάσης (DP), οι οποίοι στην πραγματικότητα εμφανίζουν συνήθως τρεις φάσεις. Ο απώτερος στόχος μιας τέτοιας εργασίας θα ήταν να μετρηθούν ποσοτικά κάποια από τα μεγέθη που αντιμετωπίζονται στη μεταλλογραφική ανάλυση των δοκιμίων που μελετούνται και τα οποία μπορεί να είναι η κατανομή μεγέθους κάποιας φάσης ή απλά σε τι ποσοστό εμφανίζεται η κάθε φάση στο δοκίμιο. Ο βασικός αυτός στόχος όμως πρέπει να διέλθει από άλλους μικρότερους επιμέρους στόχους.

Πρώτο και βασικό μέλημα είναι να απεικονιστεί σωστά η δομή του προς εξέτασιν δοκιμίου. Έπειτα να γίνει μια καλή στατιστική μελέτη της επιφάνειας, μετρώντας και απεικονίζοντας τις παραμέτρους που παρουσιάζουν ενδιαφέρον και τέλος να συσχετιστούν τα αποτελέσματα που λαμβάνονται για τα μεγέθη που παρουσιάζουν ενδιαφέρον με τις παραμέτρους που έχουν εισαχθεί στην κάθε φάση της επεξεργασίας του τεμαχίου, δηλαδή τις θερμικές κατεργασίες από τις οποίες έχει διέλθει και τις παραμορφώσεις που έχει υποστεί.

Πρωταρχικός στόχος, λοιπόν, της εργασίας αυτής ήταν η ποσοτική μεταλλογραφία δύο συγκεκριμένων χάλυβων που παρουσιάζουν το φαινόμενο TRIP και οι οποίοι είχαν υποστεί παραμόρφωση σε διαφορετικούς βαθμούς από 2% έως 20% ο καθένας και σε διαφορετικές θερμοκρασίες επιπλέον. Ο κύριος στόχος ήταν να μετρηθεί πειραματικά το μέγεθος των κόκκων του ωστενίτη σε κάθε ένα από τα 32 δοκίμια που υπήρχαν στο εργαστήριο από κάθε χάλυβα και εφόσον επιτευχθεί αυτό να γίνει η συσχέτιση του βαθμού παραμόρφωσης με το μέγεθος των κόκκων του παραμένοντα ωστενίτη.

Όπως προαναφέρθηκε, για την επίτευξη του βασικού στόχου πρώτο μέλημα είναι η σωστή απεικόνιση της μικροδομής του δοκιμίου. Με τον όρο «σωστή» εννοείται ο πλήρης διαχωρισμός των φάσεων και ο καλύτερος τρόπος για να γίνει αυτό, ιδιαίτερα σε περιπτώσεις που το μέγεθος δεν προδίδει την διαφοροποίηση των φάσεων, είναι ο χρωματισμός της κάθε φάσης με ξεχωριστή απόχρωση.

Στη μικροδομή των χάλυβων TRIP επί παραδείγματι, εμπλέκονται τέσσερις φάσεις με το μεγαλύτερο ποσοστό να καταλαμβάνει ο φερρίτης, έπειτα ο μπαινίτης και το υπόλοιπο να μοιράζεται σε μαρτενσίτη και παραμένοντα ωστενίτη. Εφαρμόζοντας Nital αυτό που επιτυγχάνεται είναι να διαχωριστεί ο φερρίτης από τις άλλες φάσεις. Έτσι επόμενος στόχος είναι η εξεύρεση αντιδραστηρίου που να καθιστά εφικτή την απεικόνιση των σωματιδίων ξεχωριστά του μπαινίτη και κυρίως τον διαχωρισμό του ωστενίτη από τον μαρτενσίτη.

Ο τελευταίος διαχωρισμός θα αποδειχθεί πως είναι και ο πιο δύσκολος και παρουσιάζεται και στους χάλυβες διπλής φάσης.

1.3 Μεθοδολογία

Έως το σημείο όπου θα έχουν απεικονιστεί όλες οι φάσεις σε μια φωτογραφία, όπως προαναφέρθηκε πρέπει να γίνουν διάφορα στάδια προετοιμασίας του δοκιμίου.

Πρώτα-πρώτα από την κοπή των αρχικών τεμαχίων σε μέγεθος τέτοιο ώστε να μπορεί να εγκιβωτιστεί. Τα πρώτα δοκίμια που έφθασαν στο εργαστήριο δεν χρειαζόταν να διέλθουν αυτής της διαδικασίας καθώς ήταν ήδη κομμένα σε ικανοποιητικό μέγεθος. Τα υπόλοιπα δοκίμια όμως κόπηκαν στο εργαστήριο με ειδικό ψαλίδι για λαμαρίνες αρχικά και με μεγάλη λεπτομέρεια σε κοπτικό υψηλής ακρίβειας έπειτα, για την αποφυγή μεγάλων τάσεων στην επιφάνεια κοπής και την αποφυγή δημιουργίας αισθητά μεγάλης ζώνης παραμόρφωσης, η οποία θα άλλαζε την μορφολογία της μικροδομής.

Υπό το φόβο της δημιουργίας ζώνης παραμόρφωσης, αλλά αυτή τη φορά παράλληλα στην εξεταζόμενη επιφάνεια, συνεχίστηκε και το επόμενο στάδιο της προετοιμασίας του δοκιμίου. Κάτι τέτοιο θα ήταν καταστροφικό για την μικροδομή του δοκιμίου και παραπλανητικό για τα αποτελέσματα. Έτσι, σε συνεργασία με τους επιβλέποντες, αποφασίστηκε η λείανση να αρχίζει από χαρτιά με αρκετά λεπτούς κόκκους, δηλαδή της πυκνότητας των πεντακοσίων κόκκων (500 grit) ανά τετραγωνική ίντσα και να έπεται ο οκτακοσίων (800 grit) και ο χιλίων (1000 grit). Η επιλογή αυτή έκανε την διαδικασία αρκετά χρονοβόρα ιδιαίτερα στο πρώτο στάδια, δηλαδή την «εκχόνδριση».

Έπειτα από το στάδιο της λείανσης, η στίλβωση δεν εμπεριείχε κάποια πρακτική δυσκολία, εκτός του γεγονότος ότι στην πορεία θα έπρεπε είτε σαν μέρος κάποιας μεταλλογραφικής πρακτικής, είτε σαν αναγκαία συνέπεια λάθος εφαρμογής αντιδραστηρίου, να επαναληφθεί με προσοχή κυρίως το δεύτερο στάδιο της, δηλαδή η στίλβωση σε πανί από καμβά και με λειαντικούς κόκκους από αδάμαντα διαμέτρου ενός μικρομέτρου.

Στο τέλος της προετοιμασίας του δοκιμίου πριν από την οπτική μικροσκοπία βρίσκεται η χημική προσβολή, ίσως η πιο χρονοβόρα και σίγουρα η πιο περίπλοκη διαδικασία. Ο μελετητής έχει να αντιμετωπίσει, να εξακριβώσει και να θέσει σε λειτουργική συνεργασία πολλές παραμέτρους, μεταξύ των οποίων προβλέψιμες και συνιστώμενες, όπως η σύσταση των αντιδραστηρίων και ο χρόνος επιβολής τους στο δοκίμιο, αλλά και μερικές απρόβλεπτες όπως ο χρόνος ζωής τους πριν και μετά

την ανάμιξη τους, καθώς προβλέπεται χρήση δύο ή και περισσότερων χημικών ενώσεων συνήθως.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ

2.1 Εισαγωγή

Το πιο διαδεδομένο μέταλλο στην ιστορία της ανθρωπότητας είναι αδιαμφισβήτητα ο χάλυβας. Οι χρήσεις του είναι πολλές: από την κουζίνα με τις κατσαρόλες και τα κουτάλια, μέχρι τις πιο περίπλοκες τεχνολογικές κατασκευές στην βιομηχανία. Αυτό οφείλεται στο συγκριτικά χαμηλό κόστος του, αλλά και τις πολλές και ιδιαίτερα χρήσιμες μηχανικές και χημικές του ιδιότητες. Τελευταία, όμως, η έρευνα πάνω στην περαιτέρω βελτίωση των χημικών και δη των μηχανικών του ιδιοτήτων αφορά, κυρίως, τις αυτοκινητοβιομηχανίες.

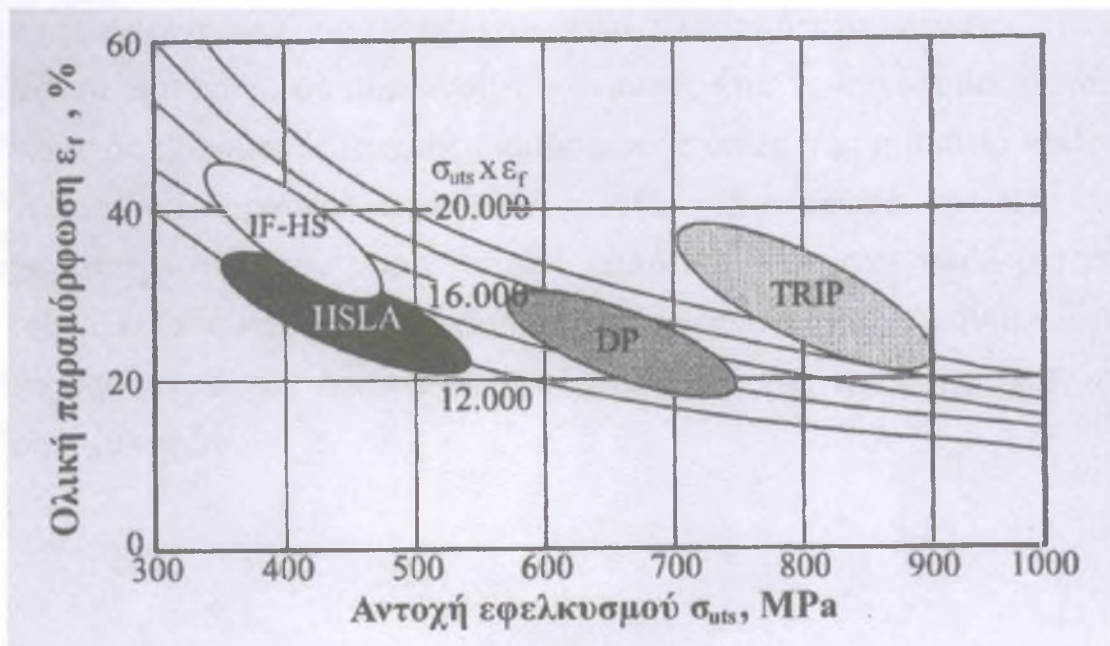
Ο χάλυβας αποτελεί το 65% του βάρους ενός αυτοκινήτου [1]. Η απαίτηση για ελαχιστοποίηση του συνολικού βάρους του οχήματος έχει διάφορες πτυχές οφέλους. Λιγότερο βάρος συνεπάγεται λιγότερα καύσιμα, άρα και λιγότερους ρύπους στην ατμόσφαιρα, μικρότερη καταπόνηση των μηχανικών μερών του αυτοκινήτου, άρα και μεγαλύτερη αποδοτικότητα και, εν γένει, χαμηλότερη κατανάλωση ενεργειακών πόρων, για την οποία τόσοσ λόγος γίνεται στις ημέρες μας.

Για να πραγματοποιηθούν όμως τα επιθυμητά αποτελέσματα που προαναφέρθηκαν, πρέπει να υπερνικηθούν κάποια εμπόδια που θέτει η ανάπτυξη της τεχνολογίας. Ο τελικός στόχος είναι κατασκευές με μικρό βάρος σε λογικό κόστος. Το βάρος είναι ανάλογο της πυκνότητας και του όγκου. Μικρή πυκνότητα έχει το αλουμίνιο για παράδειγμα. Η συγκόλληση του αλουμινίου, όμως, είναι ένα θέμα που διερευνάται και ακόμα δεν έχει βρεθεί αποδοτική μέθοδος. Ελαχιστοποίηση του όγκου προϋποθέτει καλύτερες μηχανικές ιδιότητες και όσον αφορά το τελικό προϊόν μεγαλύτερη αντοχή, ενώ όσον αφορά τις ενδιάμεσες φάσεις κατεργασίας μεγαλύτερη διαμορφωσιμότητα. Τέτοιες ιδιότητες έχουν και άλλα υλικά, όπως τα κράματα τιτανίου, αλλά αυτά αντιβαίνουν στο άλλο κριτήριο, δηλαδή το κόστος.

Η χαλυβουργική βιομηχανία τα τελευταία 25 χρόνια προσπάθησε να ανταποκριθεί στις απαιτήσεις αυτές δημιουργώντας νέους χάλυβες, όπως οι χάλυβες διπλής φάσης (Dual Phase steels) και οι χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP steels), στους οποίους επικεντρώνεται το ενδιαφέρον αυτής της διπλωματικής εργασίας, αλλά και άλλους όπως τους χάλυβες υψηλής αντοχής χωρίς στοιχεία

παρεμβολής (Interstitial Free High Strength steels, IF-HS) και τους χάλυβες υψηλής αντοχής – χαμηλής κραμάτωσης (HSLA).

Αυτό που κάνει τους χάλυβες διπλής φάσης (DP) και τους χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP) πολύ ελκυστικούς όσον αφορά την αυτοκινητοβιομηχανία είναι το γεγονός ότι συνδυάζουν μεγάλη αντοχή με πολύ καλή ολκιμότητα, δύο ιδιότητες που συνήθως αντικρούονται. Οι χάλυβες διπλής φάσης έχουν σκληρά σωματίδια μαρτενσίτη διασπαρμένα σε μήτρα φερρίτη και αυτό τους κάνει «σύνθετα» υλικά, με την ευρεία έννοια του όρου. Στους χάλυβες TRIP ένα μέρος της πλαστικής παραμόρφωσης αντισταθμίζεται από την παραμόρφωση μετασχηματισμού, που εμφανίζεται κατά την παραμόρφωση του παραμένοντα ωστενίτη σε μαρτενσίτη, με αποτέλεσμα να αυξάνεται η ομοιόμορφη παραμόρφωση (δηλ. η διαμορφωσιμότητα) του χάλυβα, χωρίς να επηρεάζεται η υψηλή αντοχή του. Παρακάτω, στο σχήμα που παρουσιάζεται στην **Εικόνα 2.1**, γίνεται μία σύγκριση μεταξύ των παραπάνω κατηγοριών χαλύβων, όσον αφορά την αντοχή τους σε εφελκυσμό και την ολική τους παραμόρφωση.



Εικόνα 2.1 Σύγκριση αντοχής εφελκυσμού – ολικής παραμόρφωσης για διάφορες κατηγορίες χαλύβων

Γίνεται πλέον κατανοητό πως, για να συνεχιστεί η παρουσίαση των δύο αυτών χαλύβων θα πρέπει να γίνει αναφορά στους μετασχηματισμούς των φάσεων που εμπεριέχουν αλλά και στο φαινόμενο TRIP.

2.2 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός

2.2.1 Εισαγωγή

Η βαφή του ατσαλιού, γνωστή και από τα πανάρχαια χρόνια στον άνθρωπο, είναι ο κυριότερος μηχανισμός ισχυροποίησης των χαλύβων. Ο χάλυβας θερμαίνεται στην ωστενιτική περιοχή και στη συνέχεια ψύχεται απότομα, με αποτέλεσμα ο ωστενίτης με κυβική εδροκεντρωμένη δομή (FCC) να μετασχηματίζεται σε μια νέα φάση με τετραγωνική χωροκεντρωμένη (BCT) δομή. Η απότομη αυτή αλλαγή του κρυσταλλικού πλέγματος του χάλυβα εγκλωβίζει τον άνθρακα, που υπήρχε σε στερεό διάλυμα στον ωστενίτη, μέσα στη νέα φάση [2]. Αυτό γίνεται διότι σε θερμοκρασίες πάνω από τους 750 °C ο σίδηρος έχει δομή FCC ενώ σε θερμοκρασίες περιβάλλοντος έχει BCC δομή. Οι δύο δομές έχουν διαφορά στο ποσοστό του άνθρακα που μπορούν να διαλύσουν σε στερεό διάλυμα. Όταν η αλλαγή ανάμεσα στις δύο θερμοκρασίες γίνεται με μικρούς ρυθμούς ψύξης, ο άνθρακας προλαβαίνει να διαχυθεί και να δημιουργηθεί φερρίτης (BCC) και σεμεντίτης (Fe_3C). Όταν η αλλαγή ανάμεσα στις δύο καταστάσεις είναι πολύ γρήγορη ο άνθρακας εγκλωβίζεται και παραμορφώνει το πλέγμα από BCC σε BCT.

2.2.2 Χαρακτηριστικά του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού

Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός έχει τρία βασικά χαρακτηριστικά, τα οποία τον διαφοροποιούν από οποιοδήποτε άλλο είδος μετασχηματισμού φάσεων: μετατοπιστικός, μη-διαχυτικός, με κινητική και μορφολογία που καθορίζονται από την στροφική (deviatoric) συνιστώσα του τανυστή των τάσεων. Μετατοπιστικός σημαίνει πως πραγματοποιείται με συνεργατική μετατόπιση των ατόμων, έτσι ώστε να προκύπτει αντιστοιχία μεταξύ αρχικών και τελικών πλεγματικών θέσεων. Ο μη-διαχυτικός χαρακτήρας του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού προέρχεται από το γεγονός πως δεν απαιτείται ατομική διάχυση για την πυρήνωση και ανάπτυξη της μαρτενσιτικής φάσεως. Έτσι, η μαρτενσιτική φάση κληρονομεί την χημική σύσταση της μητρικής φάσεως. Τέλος, η στροφική συνιστώσα του τανυστή των τάσεων καθορίζει την κινητική και την μορφολογία του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού.

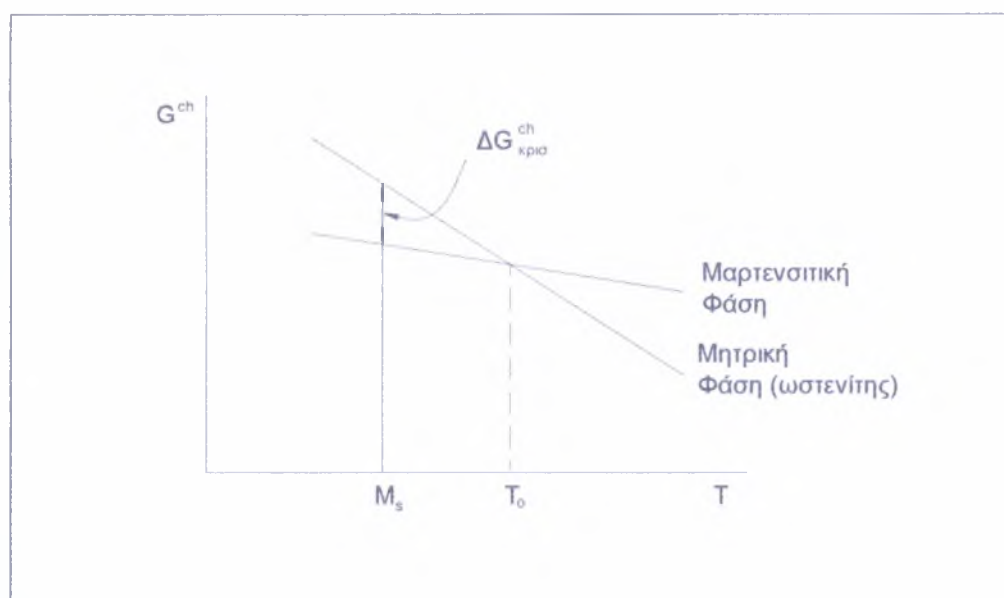
Κατά τον μαρτενσιτικό μετασχηματισμό λαμβάνουν χώρα δύο είδη παραμορφώσεων. Πρώτα πραγματοποιείται η ομοιόμορφη παραμόρφωση πλέγματος ή παραμόρφωση Bain όπως ονομάζεται, όπου το πλέγμα μετασχηματίζεται από fcc (ωστενίτης) σε bct (μαρτενσίτης).

Στη συνέχεια, επειδή το πλέγμα έχει παραμορφωθεί σημαντικά κατά το πρώτο στάδιο και έχουν αναπτυχθεί τάσεις στο κρυσταλλικό πλέγμα, ακολουθεί η παραμόρφωση αμετάβλητου επιπέδου (invariant – plain strain, IPS) με την οποία μειώνονται οι τάσεις. Η παραμόρφωση IPS γίνεται είτε με ολίσθηση αταξιών, είτε με την δημιουργία διδυμίων [2].

Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός στους χάλυβες συνήθως πραγματοποιείται χωρίς θερμική ενεργοποίηση, δηλαδή κατά τη διάρκεια της ψύξης ανάμεσα σε ένα ζεύγος θερμοκρασιών που μπορούν να υπολογιστούν με ακρίβεια για ένα χάλυβα με συγκεκριμένη σύσταση. Οι δύο θερμοκρασίες αυτές ονομάζονται M_s και M_f από τα αρχικά των λέξεων start (έναρξη) και finish (λήξη), αντίστοιχα. Η θερμοκρασία M_s μπορεί να κυμαίνεται από 500 °C έως και κάτω από τη θερμοκρασία δωματίου. Η διαφορά αυτή οφείλεται στην παρουσία κραματικών στοιχείων και στις συγκεντρώσεις τους στους χάλυβες και τα οποία είτε σταθεροποιούν τον ωστενίτη είτε όχι. Η σχετική επίδραση των κραματικών στοιχείων στην θερμοκρασία M_s δίνεται από την εμπειρική σχέση του Andrews: [1]

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 539 - 463C - 30.4\text{Mn} - 17.7\text{Ni} - 12.1\text{Cr} - 7.5\text{Mo}$$

όπου στα σύμβολα των χημικών στοιχείων αντιστοιχούν οι % κ.β. περιεκτικότητες των στοιχείων στους χάλυβες. Η θερμοκρασία M_f αντιστοιχεί στην θερμοκρασία όπου σταματά ο μετασχηματισμός αλλά μερικές φορές αυτή είναι τόσο χαμηλή, ώστε ο μηχανισμός δεν ολοκληρώνεται. Πολύ συχνά ένα ποσοστό του ωστενίτη δεν μετασχηματίζεται και ονομάζεται παραμένων ωστενίτης (retained austenite). Η θερμοκρασία M_s μπορεί να οριστεί από το διάγραμμα που παρουσιάζεται στην **Εικόνα 2.1**.



Εικόνα 2.2 Καμπύλες ελεύθερης ενέργειας σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία για τη μητρική (ωστενίτης) και μαρτενσιτική φάση

Στη θερμοκρασία T_0 η ελεύθερη ενέργεια των δύο φάσεων είναι ίση, $\Delta G^{\text{ch}} = 0$, αλλά καθώς μειώνεται η θερμοκρασία η φάση με την μικρότερη ελεύθερη ενέργεια είναι ο μαρτενσίτης, οπότε και αναμένεται από τη θερμοδυναμική να γίνει ο μετασχηματισμός. Αυτό πραγματοποιείται μόλις μπορέσει να υπερνικηθεί το ενεργειακό φράγμα για την πυρήνωση του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού, $\Delta G^{\text{ch}}_{\text{κρυσ}}$ το οποίο συμβαίνει στην θερμοκρασία M_s [2].

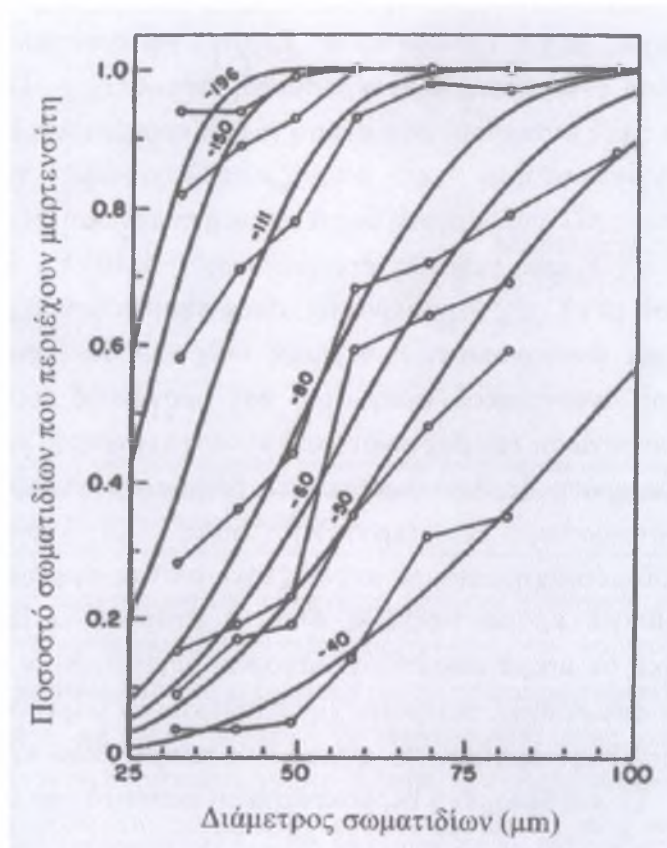
2.2.3 Πυρήνωση του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού

Ομογενής πυρήνωση

Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός είναι ένας μετασχηματισμός 1^{ης} τάξεως, που εξελίσσεται με πυρήνωση και ανάπτυξη. Επειδή το δεύτερο σκέλος του μετασχηματισμού, δηλαδή η ανάπτυξη της μαρτενσιτικής φάσης, είναι πολύ γρήγορο, η ταχύτητα του μετασχηματισμού εξαρτάται αποκλειστικά από την ταχύτητα της πυρήνωσης. Για έναν τυπικό χάλυβα η θερμική ενέργεια δεν είναι αρκετή για την υπέρβαση του ενεργειακού φράγματος της ομογενούς πυρήνωσης και αναγκαστικά η πυρήνωση θα πρέπει να είναι ετερογενής. Αυτό βέβαια προϋποθέτει την ύπαρξη αντίστοιχων θέσεων πυρήνωσης.

Επίσης, όπως φαίνεται και από τις μελέτες των Cech και Turnbull [3], όπου η μητρική ωστενιτική φάση χωρίστηκε πριν την ψύξη σε σωματίδια διαφόρων μεγεθών, το ποσοστό των σωματιδίων που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη είναι ανάλογο με το μέγεθος του σωματιδίου και την

θερμοκρασία ψύξης. Από το διάγραμμα που φαίνεται παρακάτω στην **Εικόνα 2.2** μπορεί κανείς να διαπιστώσει επίσης ότι για ένα συγκεκριμένο μέγεθος σωματιδίων, το ποσοστό μετασχηματισμού σε μαρτενσίτη αυξάνεται με την πτώση της θερμοκρασίας. Αυτό σημαίνει πως δεν έχουν όλες οι θέσεις πυρήνωσης την ίδια δυναμικότητα να προκαλέσουν ετερογενή πυρήνωση. Αυτές που είναι οι λιγότερο δυναμικές χρειάζονται μεγαλύτερη κινούσα δύναμη και ενεργοποιούνται με την πτώση της θερμοκρασίας.



Εικόνα 2.3 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός σε σωματίδια κράματος Fe – 30% Ni.

Ετερογενής πυρήνωση

Σύμφωνα με την θεωρία της ετερογενούς πυρήνωσης των Olson και Cohen [4] η προϋπάρχουσα θέση πυρήνωσης είναι μια συστοιχία αταξιών, δηλαδή ατέλεια της δομής, στη μητρική φάση. Η συστοιχία αυτή μπορεί να αποτελεί ένα μέρος συνόρου κόκκων. Στη θερμοκρασία M_s η ατέλεια αυτή διασπάται σχηματίζοντας μερικές αταξίες και δημιουργώντας ένα σφάλμα (fault). Το σφάλμα αυτό έχοντας την κρυσταλλική δομή μαρτενσιτικού κρυστάλλου αποτελεί το πρώτο μαρτενσιτικό έμβρυο. Η δημιουργία του σφάλματος προκαλεί μείωση

της ελεύθερης ενέργειας εάν η νέα δομή είναι πιο σταθερή από την μητρική φάση, δηλαδή αν η ενέργεια του σφάλματος είναι αρνητική.

2.2.4 Μορφολογία της μαρτενσιτικής φάσης

Ο μαρτενσίτης γενικά απαντάται με φακοειδές σχήμα, ένα σχήμα που ελαχιστοποιεί το άθροισμα της επιφανειακής ενέργειας και της ενέργειας παραμόρφωσης. Παρατηρούνται όμως κύρια δύο μορφολογίες, τα πλακίδια μαρτενσίτη (plate martensite) και οι λωρίδες μαρτενσίτη (lath martensite). Στα πλακίδια παρατηρείται συνήθως και μια κεντρική ράβδωση (midrib). Κάτι άλλο αξιόλογο στην μαρτενσιτική φάση είναι ότι εμφανίζει εσωτερική δομή (substructure) η οποία εξαρτάται από το είδος της συμπληρωματικής παραμόρφωσης αμετάβλητου πλέγματος (IPS). Εάν η παραμόρφωση αυτή είναι διδυμιακή, στο εσωτερικό των πλακιδίων παρουσιάζονται διδυμίες. Εάν αυτή γίνεται με ισχυρή ολίσθηση αταξιών, στο εσωτερικό των λωρίδων παρατηρείται αυξημένη συγκέντρωση αταξιών. Όσον αφορά το γεγονός αν θα παρατηρηθούν πλακίδια ή λωρίδες στη μορφολογία της μαρτενσιτικής φάσης εξαρτάται αποκλειστικά από το κραμματικό σύστημα και από την χημική σύστασή του.

2.2.5 Μηχανικές επιδράσεις στο μαρτενσιτικό μετασχηματισμό

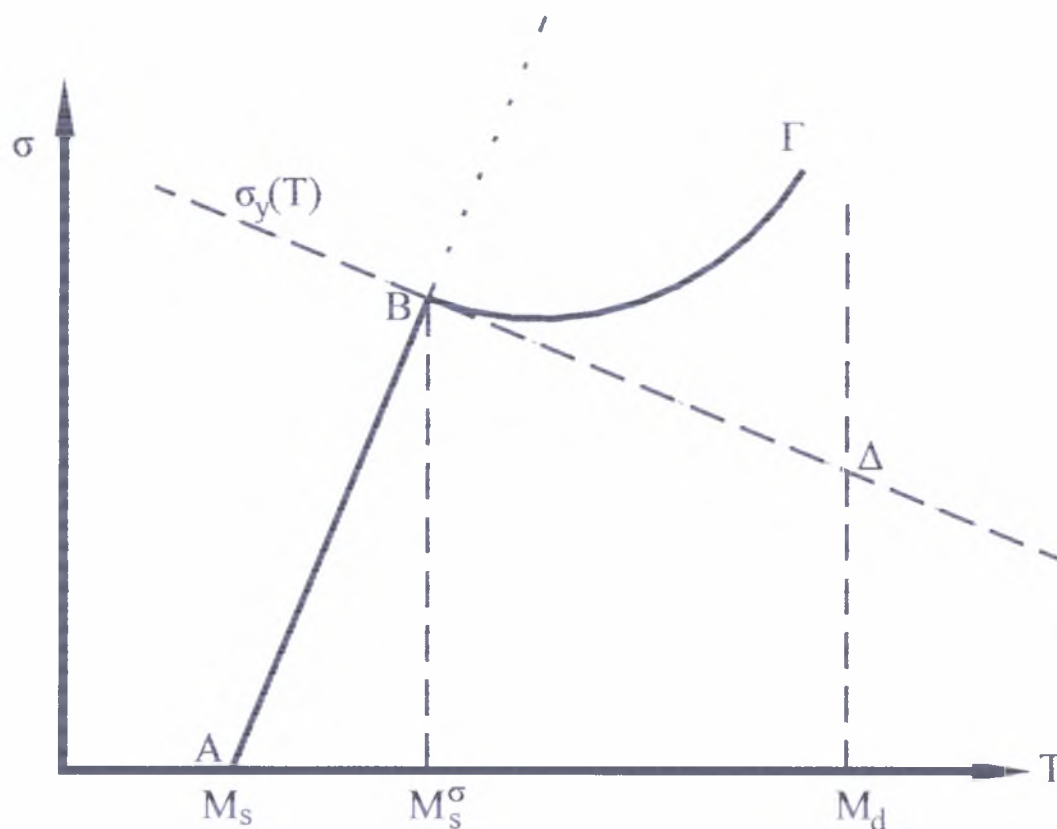
Σύμφωνα με τα όσα έχουν αναφερθεί ως αυτό το σημείο αναφορικά με το μαρτενσιτικό μετασχηματισμό, και βάση του γεγονότος ότι οι μετατοπίσεις του διέπονται από ισχυρό διατμητικό χαρακτήρα, είναι εύκολο να προβλέψει κανείς πως θα υπάρχουν σημαντικές αλληλεπιδράσεις κάτω από την επιβολή εξωτερικών φορτίων. Τα φαινόμενα αυτά που εμφανίζονται σε τέτοιες περιπτώσεις έχουν μελετηθεί και κατηγοριοποιηθεί ως εξής: πλαστικότητα μετασχηματισμού, θερμοελαστικότητα, ψευδοελαστικότητα και μνήμη σχήματος. Παρακάτω θα αναπτυχθεί η πλαστικότητα μετασχηματισμού και οι δύο μηχανισμοί με τους οποίους εμφανίζεται, καθώς είναι το φαινόμενο αυτό που διέπει την συμπεριφορά των χαλύβων TRIP και πάνω στο οποίο στηρίζεται η χρησιμότητα τους εν γένει.

2.3 Πλαστικότητα μετασχηματισμού

2.3.1 Εισαγωγή

Για να γίνει κατανοητός ο μηχανισμός της πλαστικότητας μετασχηματισμού, θα πρέπει να εξεταστεί το διάγραμμα στην

Εικόνα 2.3. Εκεί κρύβεται και η συμπεριφορά και η εμφάνιση του μαρτενσίτη κάτω από μηχανική φόρτιση, τάση ή παραμόρφωση. Στον κάθετο άξονα απεικονίζεται η επιβαλλόμενη τάση και στον οριζόντιο η θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού. Χωρίς την επιβολή τάσης (**σημείο Α**) η θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού είναι αυτή που έχει περιγραφεί και παραπάνω, δηλαδή η M_s . Τότε η χημική κινούσα δύναμη ΔG_{ch} γίνεται αρκετά μεγάλη για να σπάσει το ενεργειακό φράγμα που απαιτείται για τον μαρτενσιτικό μετασχηματισμό και η πυρήνωση ξεκινά σε ήδη προϋπάρχουσες θέσεις.



Εικόνα 2.4 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός συναρτήσει της θερμοκρασία και της επιβαλλόμενης τάσης.

2.3.2 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός υποβοηθούμενος από την τάση (Stress assisted)

Κατά την διαδρομή από το σημείο Α στο σημείο Β, όπου ο ωστενίτης παραμορφώνεται ελαστικά, επιβάλλεται μηχανική τάση στον ωστενίτη. Ωστόσο, η τάση βρίσκεται χαμηλότερα από το όριο ροής του ωστενίτη,

$\sigma_y(T)$ και οι παραμορφώσεις είναι ελαστικές. Τότε μια επιπλέον μηχανική κινούσα δύναμη, ΔG_{σ} , προστίθεται στην ήδη υπάρχουσα χημική ΔG_{ch} και ο μετασχηματισμός μπορεί πλέον να εκκινηθεί σε υψηλότερες θερμοκρασίες. Όταν η επιβαλλόμενη τάση γίνει ίση με το όριο ροής του ωστενίτη (σημείο B), ο ωστενίτης αρχίζει να παραμορφώνεται πλαστικά και ενεργοποιείται ο μηχανισμός του επιβαλλόμενου από την παραμόρφωση μετασχηματισμού. Η χαρακτηριστική θερμοκρασία όπου συμβαίνει αυτή η αλλαγή μηχανισμού ονομάζεται M_s^{σ} . Είναι ουσιώδες να τονιστεί πως ο μηχανισμός αυτός χρησιμοποιεί προϋπάρχουσες θέσεις πυρήνωσης και γι' αυτό ονομάζεται υποβοηθούμενος από την τάση.

2.3.3 Μαρτενσιτικός μετασχηματισμός επιβαλλόμενος από την παραμόρφωση (Strain induced)

Όταν η εξωτερικά επιβαλλόμενη τάση φτάσει την τιμή του ορίου ροής του ωστενίτη $\sigma_y(M_s^{\sigma})$, ο ωστενίτης αρχίζει να ρέει πλαστικά. Η πλαστική παραμόρφωση αυτή γίνεται μέσω ολίσθησης αταξιών, οι οποίες κάποια στιγμή διασταυρώνονται δημιουργώντας νέες, πιο δυναμικές θέσεις πυρήνωσης. Γι' αυτό το λόγο η τάση που απαιτείται για μαρτενσιτική πυρήνωση δεν ακολουθεί την προέκταση της AB αλλά την BG. Η μαρτενσιτική πυρήνωση αυτή αποκαλείται επιβαλλόμενη από την τάση (Strain induced). Πάνω από την θερμοκρασία M_d η χημική κινούσα δύναμη είναι τόσο μικρή που δεν μπορεί πλέον να γίνει πυρήνωση άσχετα με το μέγεθος της τάσης. Η μαρτενσιτική παραμόρφωση μορφής συνεισφέρει στον μηχανισμό παραμορφώσεως, που χαρακτηρίζεται έτσι πλαστικότητα μετασχηματισμού (Transformation Induced Plasticity, TRIP)

2.4 Μπαινιτικός μετασχηματισμός

Για να αναπτυχθεί η θεωρία της φάσης αυτής, του μπαινίτη, θεωρείται σκόπιμο να γίνει μια μικρή αναδρομή στην γενικότερη θεωρία των μετασχηματισμών των ανθρακοχαλύβων, θεωρώντας την γενική περίπτωση, όπου κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 750 – 800 °C το υλικό βρίσκεται στην περιοχή $\alpha + \gamma$. Είναι γνωστό πως, κατά την ψύξη, ο προευνθηκτοειδής φερρίτης παραμένει ως έχει και στο ποσοστό που υφίσταται αρχικά, όμως ο ωστενίτης είναι θερμοδυναμικά ασταθής και μετασχηματίζεται. Ανάλογα, τώρα, με το ρυθμό με τον οποίο απάγεται θερμοκρασία, ο μετασχηματισμός αυτός παίρνει άλλες διαστάσεις και αλλάζει και η μορφολογία του χάλυβα και συνεπώς και οι μηχανικές του ιδιότητες όπως η διαμορφωσιμότητα, η ολκιμότητα κ.ά.

Έως τώρα έχει γίνει αναφορά στο τι γίνεται σε χαμηλές θερμοκρασίες, όταν δηλαδή ο ρυθμός ψύξης είναι πολύ μεγάλος, πράγμα που έχει ως αποτέλεσμα την δημιουργία *μαρτενσίτη*. Σε υψηλές θερμοκρασίες ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε περλίτη, δηλαδή εναλλασσόμενα πλακίδια φερρίτη παραταγμένα δίπλα σε πλακίδια σεμεντίτη (Fe_3C). Τι γίνεται όμως σε ενδιάμεσες θερμοκρασίες; Ανιχνεύεται μια περιοχή ανάμεσα στην M_s και τους 550°C όπου δεν εμφανίζεται καμία από τις δύο φάσεις, αλλά μια νέα, ο μπαινίτης. Αυτός είναι μια φάση που αποτελείται από πλακίδια ή λωρίδες φερρίτη και σωματίδια σεμεντίτη. Ο μπαινιτικός μετασχηματισμός συνδυάζει χαρακτηριστικά μαρτενσιτικών και διαχυτικών μετασχηματισμών. Ανάλογα με την θερμοκρασία σχηματισμού του διακρίνονται δύο μορφολογίες: ο *άνω μπαινίτης* και ο *κάτω μπαινίτης*.

2.4.1 Άνω μπαινίτης

Η δομή αυτή σχηματίζεται σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο πραγματοποιείται πυρήνωση και ανάπτυξη λεπτών πλακιδίων φερρίτη, που ονομάζεται μπαινιτικός φερρίτης. Η στερεά διαλυτότητα όμως του φερρίτη σε άνθρακα είναι πολύ μικρή και έτσι κατά τον μετασχηματισμό του ωστενίτη σε φερρίτη ($\text{fcc} \rightarrow \text{bcc}$), αποβάλλεται άνθρακας προς τον ωστενίτη που δεν έχει μετασχηματιστεί ακόμα. Η μεγάλη συγκέντρωση όμως αυτή του άνθρακα στον ωστενίτη εξωθεί στην δημιουργία σεμεντίτη. Αναλόγως, τώρα, με την χημική σύσταση του ωστενίτη και ειδικότερα την περιεκτικότητα του σε άνθρακα, ο σεμεντίτης σχηματίζει είτε μακριές λωρίδες είτε σωματίδια που, και στις δύο περιπτώσεις, παρεμβάλλονται ανάμεσα στα πλακίδια φερρίτη.

Ο άνω μπαινίτης αναπτύσσεται σε ομάδες παράλληλων πλακιδίων που ονομάζονται μπαινιτικές δεσμίδες. Το μέγεθος αυτών των δεσμίδων είναι αρκετά πιο μικρό από τον ωστενιτικό κόκκο, καθώς η ανάπτυξη του μπαινιτικού φερρίτη οδηγεί σε πλαστική παραμόρφωση του ωστενίτη και μεγάλη πυκνότητα αταξιών στο εσωτερικό του, με αποτέλεσμα την διακοπή της ανάπτυξής του.

2.4.2 Κάτω μπαινίτης

Ο κάτω μπαινίτης σχηματίζεται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες από τον άνω μπαινίτη και έχει κοινά μορφολογικά χαρακτηριστικά με τον άνω μπαινίτη. Η κυριότερη διαφορά τους είναι πως κατά την ανάπτυξη των πλακιδίων φερρίτη σχηματίζεται σεμεντίτης και μέσα στα πλακίδια αυτά με απευθείας καθίζηση από τον ωστενίτη. Έτσι, στον κάτω μπαινίτη συναντώνται σωματίδια σεμεντίτη και μεταξύ των πλακιδίων του μπαινιτικού φερρίτη αλλά και μέσα στα ίδια πλακίδια. Είναι προφανές

πως με την δέσμευση του άνθρακα για τον σχηματισμό σεμεντίτη απευθείας μέσα στα πλακίδια του μπαινιτικού φερρίτη, λιγότερος άνθρακας είναι διαθέσιμος για την καθίζηση σωματιδίων ανάμεσα στα πλακίδια. Έτσι σχηματίζονται μικρότερα σωματίδια σεμεντίτη και γενικότερα η διασπορά τους είναι μεγαλύτερη. Σε αυτό το χαρακτηριστικό του οφείλει, εξάλλου, ο κάτω μπαινίτης την μεγαλύτερη ολκιμότητα σε σχέση με τον άνω μπαινίτη.

Στην περίπτωση των κραματωμένων χαλύβων, ο σίδηρος και τα άλλα στοιχεία αντικατάστασης, όπως λόγου χάριν το πυρίτιο, το νικέλιο, το μαγγάνιο και το μολυβδαίνιο, δεν διαχέονται και εμποδίζουν την καθίζηση σεμεντίτη και άντ' αυτού συναντώνται δομές με μπαινιτικό φερρίτη και παραμένοντα ωστενίτη εμπλουτισμένο σε άνθρακα, είτε καθιζάνουν άλλα καρβίδια με την συμμετοχή των παραπάνω στοιχείων αντικατάστασης.

2.5 Χάλυβες διπλής φάσης (Dual Phase steels)

Η μικροδομή των χαλύβων διπλής φάσης, αποτελείται, όπως φανερώνει και το όνομα τους, από μια διασπορά σκληρών σωματιδίων μαρτενσίτη σε μια μαλακή και όλκιμη μήτρα φερρίτη. Ο τρόπος με τον οποίο μπορεί να παραχθεί μικροδομή χαλύβων DP και αυτός που χρησιμοποιείται συνήθως είναι ο παρακάτω.

Το πρώτο στάδιο της θερμικής κατεργασίας που ακολουθείται είναι η μερική ωστενιτοποίηση χαλύβων χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα, υποευτηκτικοειδών όπως ονομάζονται, στην ενδοκρίσιμη περιοχή ($\alpha + \gamma$). Αποτέλεσμα αυτού είναι να παραχθεί μέσα στο δοκίμιο ένα ποσοστό ωστενίτη, συνήθως σε διασπορά σωματιδίων μέσα στην φερριτική μήτρα.

Το επόμενο στάδιο είναι η βαφή του χάλυβα με σκοπό τον μετασχηματισμό του ωστενίτη σε μαρτενσίτη. Βέβαια, εκτός από την μαρτενσιτική φάση, το δεύτερο στάδιο μπορεί να οδηγήσει και στην δημιουργία και άλλων φάσεων, ανάλογα με τους ρυθμούς ψύξης και τις θερμοκρασίες που επιλέγονται για την ενδοκρίσιμη ανόπτηση, όπως μπαινίτη, περλίτη και νέο φερρίτη, συνήθως σε μικρά ποσοστά. Επιπροσθέτως δεν πρέπει να αγνοείται το γεγονός ότι στις περισσότερες των περιπτώσεων ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός δεν ολοκληρώνεται ακόμα και στη θερμοκρασία δωματίου ή ακόμα και στους 0 °C, καθώς η θερμοκρασία M_f είναι συνήθως αρκετά χαμηλή με αποτέλεσμα να λαμβάνεται στην τελική δομή και ένα μικρό ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη.

Η επιρροή διαφόρων θερμοκρασιών και χρόνων θερμικών κατεργασιών (ενδοκρίσιμη ανόπτηση, μπαινιτικός μετασχηματισμός), κραματικών στοιχείων και ρυθμών ψύξης στην τελική μικροδομή των

χαλύβων είναι ανεξάντλητη πηγή έμπνευσης για πολλούς μελετητές έως τις μέρες μας. Ειδικά για τους χάλυβες διπλής φάσης, οι οποίοι θα πρέπει, σε αυτό το σημείο, να επισημανθεί πως προϋπήρξαν σαν μεταλλουργικό επίτευγμα των χαλύβων TRIP, μέσα από μελέτες όπως αυτή του M.Erdogan [5], αποδεικνύεται ο καταλυτικός ρόλος της διασποράς των σωματιδίων ωστενίτη κατά την ανόπτηση στην ενδοκρίσιμη περιοχή.

Στη μελέτη αυτή εξακριβώνεται πως η λεπτότερη διασπορά ωστενίτη στην φερριτική μήτρα οδηγεί σε μεγαλύτερο ποσοστό μετασχηματισμού του ωστενίτη σε μαρτενσίτη, ακόμα και σε μικρότερους ρυθμούς ψύξης. Αυτό γίνεται κυρίως λόγω της έλλειψης μεγάλων συνόρων μεταξύ κόκκων που συμπερασματικά οδηγεί σε λιγότερες θέσεις πυρήνωσης για το νέο φερρίτη και περλίτη. Η χρήση πιο μικρών ρυθμών ψύξης είναι επιτακτική στην μεταλλουργία καθώς έτσι αποφεύγονται οι ανεπιθύμητες επιδράσεις της βαφής στο τελικό προϊόν όπως η συσσώρευση θερμικών τάσεων και η ρηγμάτωση λόγω βαφής.

2.6 Χάλυβες TRIP

Έγινε ήδη αναφορά στο φαινόμενο της πλαστικότητας μετασχηματισμού. Αυτό που δεν έχει αναφερθεί όμως είναι πως θα μπορούσε κάποιος να το εκμεταλλευθεί για να αποκομισθούν οφέλη. Θα πρέπει πρώτα όμως να παρατεθεί ο λόγος που ώθησε στην αναζήτηση χαλύβων με τις ιδιότητες που προσδίδει στο κράμα η συμμετοχή του φαινομένου της πλαστικότητας μετασχηματισμού.

Η κινούσα δύναμη και αυτή τη φορά ήταν η βιομηχανία και ειδικότερα η αυτοκινητοβιομηχανία. Έχει ήδη γίνει αναφορά στην αρχή του κεφαλαίου στην ανάγκη για μείωση βάρους στα οχήματα και μεγαλύτερη διαμορφωσιμότητα εν γένει. Ειδικότερα όμως είναι η κατεργασία της ψυχρής έλασης στην οποία υπόκεινται οι λαμαρίνες του αυτοκινήτου και η οποία καθορίζει την ανάγκη για μεγαλύτερη απόδοση με μικρότερο κόστος. Τα τασικά πεδία που εφαρμόζονται στην ψυχρή έλαση είναι τεράστια για μικρά πάχη λαμαρίνας από συμβατικούς χάλυβες.

Οι χάλυβες TRIP με μικροδομή φερρίτη – μπαινίτη – παραμένοντα ωστενίτη βελτιστοποιεί την σχέση αντοχής και διαμορφωσιμότητας. Η βελτιστοποίηση αυτή βασίζεται στον έλεγχο του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού που επέρχεται στον παραμένοντα ωστενίτη κάτω από τα πεδία των τάσεων που εφαρμόζονται. Οι χάλυβες TRIP μπορούν να φτάσουν σε μεγάλα επίπεδα ομοιόμορφης παραμόρφωσης, συχνά και να υπερβούν δηλαδή το επίπεδο του 20%.

Με πολύ απλά λόγια μπορεί κάποιος να περιγράψει το φαινόμενο της παρατεταμένης παραμόρφωσης των χαλύβων TRIP πριν την δημιουργία λαιμού με τον εξής τρόπο. Στα πρώτα στάδια της παραμόρφωσης, την

τάση παραλαμβάνει η μαλακή φερριτική μήτρα. Και στο σημείο όπου σε άλλες δομές σχηματίζεται λαιμός, ενεργοποιείται το φαινόμενο της πλαστικότητας μετασχηματισμού, ή φαινόμενο TRIP, και ο παραμένων ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη. Αυτό, σε συνδυασμό με την λεπτή διασπορά που παρουσιάζουν ο παραμένων ωστενίτης και ο μπαινίτης μέσα στη φερριτική μήτρα συνήθως, βελτιστοποιούν το συνδυασμό αντοχής – διαμορφωσιμότητας.

2.7 Παραγωγή μικροδομής TRIP

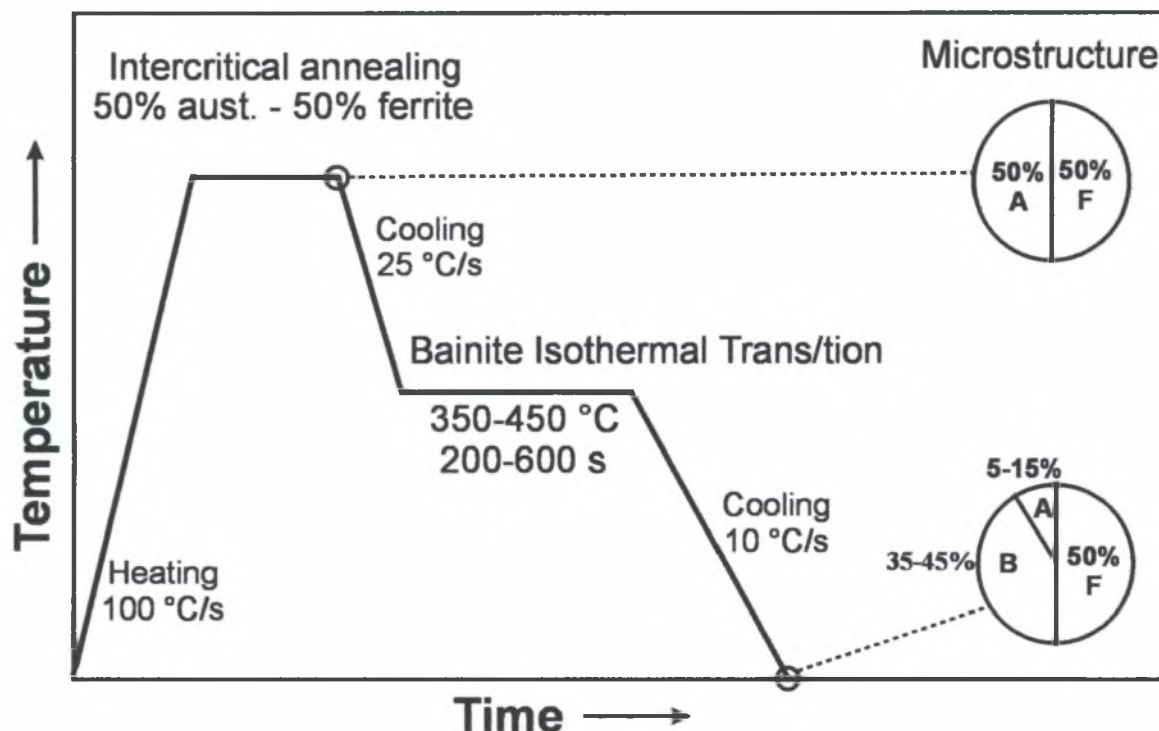
Εξηγήθηκε ως αυτό το σημείο ποιοι ονομάζονται χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού, ή με την αγγλική τους ονομασία **TRIP Steels**. Αυτό που δεν έχει εξηγηθεί ακόμα είναι πώς είναι δυνατόν να παραχθεί μια μικροδομή που να έχει αυτές τις ιδιότητες. Η παραγωγή των χάλυβων TRIP γίνεται σε τρία στάδια, όπως φαίνεται και στο σχήμα της **Εικόνας 2.4**.

Στο πρώτο στάδιο ένας χάλυβας χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα, δηλαδή έως και 0.8 %, θερμαίνεται στην ενδοκρίσιμη περιοχή (α + γ). Οι θερμοκρασίες που επιλέγονται συνήθως είναι της τάξης των 750 °C. Ας υποθεθεί πως τα ποσοστά που παίρνουμε είναι 50% ωστενίτης και 50% φερρίτης (50% A + 50% F). Στη θερμοκρασία αυτή παραμένει το υλικό για κάποιο χρονικό διάστημα της τάξης κάποιων πρώτων λεπτών της ώρας.

Το επόμενο στάδιο είναι η ψύξη του υλικού σε μία ενδιάμεση θερμοκρασία της τάξης των 350 – 450 °C όπου και παραμένει για 200 – 600 sec. Αποτέλεσμα του σταδίου αυτού είναι το 70 – 90% του ωστενίτη να μετασχηματίζεται σε μπαινίτη και ειδικότερα, και κρίνοντας από την θερμοκρασία που έχει επιλεγεί, με την επιφύλαξη της χημικής σύστασης, κάτω μπαινίτη. Η ψύξη γίνεται με έναν μέτριο ρυθμό, δηλαδή περίπου 25 °C/sec.

Το τελικό στάδιο είναι ακόμα μια ψύξη, αυτή τη φορά στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Εκεί όπου θερμοδυναμικά, ο ωστενίτης είναι μετασταθής και μετασχηματίζεται. Επειδή όμως ο ωστενίτης είναι η φάση αυτή στην οποία ενεργοποιείται το φαινόμενο της πλαστικότητας μετασχηματισμού, στους TRIP επιβάλλεται να μπορεί να υφίσταται θερμοδυναμικά ωστενίτης στην θερμοκρασία περιβάλλοντος και αυτό είναι εφικτό με την κατάλληλη χημική σύσταση. Με την προσθήκη, λοιπόν, κραματικών στοιχείων όπως το Ni, το Cr και το Co, τα οποία είναι, όπως και ο άνθρακας, στοιχεία παρεμβολής, αποβάλλεται περισσότερος άνθρακας κατά τον μπαινιτικό μετασχηματισμό, με αποτέλεσμα τον εμπλουτισμό και την σταθεροποίηση του παραμένοντα ωστενίτη. Έτσι η ψύξη μπορεί να γίνει με ακόμα μικρότερους ρυθμούς,

δηλαδή περί τους $10\text{ }^{\circ}\text{C/sec}$, αποφεύγοντας έτσι τις ανεπιθύμητες παρενέργειες της βαφής που έχουν αναφερθεί παραπάνω.



Εικόνα 2.5 Θερμική κατεργασία παραγωγής μικροδομής TRIP

Από μελέτες που έχουν γίνει είναι πλέον κατανοητό πόσο σημαντικό είναι αυτό το πρώτο στάδιο στην τελική συμπεριφορά του παραγόμενου υλικού, καθώς και μιας παραμέτρου η οποία δεν έχει αναφερθεί, δηλαδή η μικροδομή του υλικού πριν την ενδοκρίσιμη ανόπτηση. Γνωρίζοντας ήδη την σημασία της διασποράς του ωστενίτη στη φερριτική μήτρα, μπορούν να διαχωριστούν για παράδειγμα δύο περιπτώσεις.

Εάν πριν την ανόπτηση στην ενδοκρίσιμη περιοχή η δομή του υλικού είναι φερριτο – περλιτική, τότε ο ωστενίτης θα πυρηνωθεί και αναπτυχθεί πρώτα στον περλίτη και έπειτα στον φερρίτη. Στην περίπτωση όμως που ο χάλυβας έχει την μικροδομή μαρτενσίτη, ο ωστενίτης θα πυρηνωθεί στα όρια των κόκκων του παλιού ωστενίτη, στα όρια του μαρτενσίτη, καθώς και ανάμεσα στα πλακίδια του μαρτενσίτη, πράγμα που οδηγεί σε μια πιο λεπτομερή διασπορά του στο εσωτερικό του χάλυβα.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

3.1 Υλικά

Τα υλικά που χρησιμοποιήθηκαν, με σκοπό την μεταλλογραφική ανάλυση της μικροδομής τους, ήταν χάλυβες διπλής φάσης (DP) και χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP). Πρόκειται για 2 χάλυβες TRIP οι οποίοι προορίζονταν καθαρά για εργαστηριακή χρήση, 2 χάλυβες TRIP και 2 χάλυβες DP οι οποίοι είναι βιομηχανικά παραγόμενοι χάλυβες. Στον **Πίνακα 3.1**, όπου και παρουσιάζονται οι χημικές συστάσεις τους, συμβολίζονται με TRIP1 και TRIP2 οι πρώτοι 2 χάλυβες και με TRIP700, TRIP800, DP500, DP600 οι υπόλοιποι. Η διαφορά ανάμεσα στους TRIP1 και TRIP2 είναι ότι ο πρώτος έχει και νιόβιο (Nb), ενώ τα άλλα κραματικά τους στοιχεία παραμένουν τα ίδια.

3.2 Χάλυβες DP500, DP600, TRIP800

3.2.1 Μηχανικές ιδιότητες

Μπορούν παρακάτω να αναφερθούν κάποια μηχανικά χαρακτηριστικά για μερικούς από τους χάλυβες που αναφέρονται. Πρέπει όμως πρώτα να εξηγηθεί τι εννοείται με τους όρους hot rolled και cold rolled. Εφόσον οι περισσότεροι χάλυβες είναι βιομηχανικοί, κατά την παραγωγή τους σε λαμαρίνες, περνούν από την διαδικασία της έλασης. Αυτή η διαδικασία μπορεί είτε να γίνει εν θερμώ, ή εν ψυχρώ. Οι χάλυβες που εξάγονται από την πρώτη επεξεργασία φέρουν το χαρακτηρισμό hot rolled και όσοι εξάγονται από την έλαση εν ψυχρώ, cold rolled.

Στον **Πίνακα 3.2** παρουσιάζονται μερικές από τις μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων DP500, DP600 και TRIP800. Με $YS_{0.2}$ (Yield Strength) συμβολίζεται το τεχνητό όριο διαρροής σε παραμόρφωση 0.2%. Με TS (Tensile Strength) συμβολίζεται η μέγιστη τάση που μπορεί να δεχθεί το υλικό πριν την δημιουργία λαιμού. Με h.r και c.r. συμβολίζονται η έλαση εν θερμώ και εν ψυχρώ αντίστοιχα

Πίνακας 3.1: Χημικές συστάσεις των χαλδών που χρησιμοποιήθηκαν

Ονομασία	Διεργασία	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Cu	Cr	Ni	Mo	Ti	Nb
DP500	Cold rolled	0.075	0.090	1.440	0.012	0.002	0.032	0.004	0.011	0.484	0.021	0.001	0.024	0.002
DP600	Hot rolled	0.076	0.060	1.020	0.030	0.002	0.029	0.006	0.012	0.435	0.025	0.002	0.002	0.002
TRIP1	Cold rolled	0.200	0.500	1.400	0.040	—	0.700	—	—	—	—	—	—	0.001
TRIP2	Cold rolled	0.200	0.500	1.400	0.040	—	0.700	—	—	—	—	—	—	0.030
TRIP700	Hot rolled	0.180	0.700	1.610	0.012	0.001	1.450	0.003	0.030	0.050	0.030	0.010	0.009	0.031
TRIP700	Cold rolled	0.221	0.090	1.680	0.012	0.001	1.485	0.002	0.012	0.017	0.019	0.001	0.006	0.002
TRIP700	Full hard	0.220	0.040	1.660	0.012	0.001	1.490	0.003	0.027	0.027	0.020	0.003	0.007	0.002
TRIP800	Full hard	0.212	1.527	1.778	0.009	0.003	0.038	0.005	0.014	0.026	—	0.010	—	—
TRIP800	Annealed	0.195	1.582	1.640	0.011	0.002	0.032	0.004	0.019	0.019	—	0.009	—	—

Πίνακας 3.2: Μηχανικές ιδιότητες TRIP800, DP500, DP600

Χάλυβας	Διεργασία	YS _{0.2} (MPa)	TS (MPa)	YS/TS
DP600	h.r.	361	605	0.60
DP500	c.r.	321	560	0.57
TRIP800	c.r.	545	820	0.66

3.2.2 Μέγεθος κόκκων – Ποσοτικοποίηση φάσεων

Για τους χάλυβες DP των οποίων οι μηχανικές ιδιότητες αναφέρονται παραπάνω στον **Πίνακα 3.2**, μπορούμε να αναφέρουμε και να παρουσιάσουμε κάποια από τα χαρακτηριστικά που αφορούν την μικροδομή τους. Στον **Πίνακα 3.3** παρουσιάζονται οι δύο χάλυβες διπλής φάσης που παρήχθησαν από τη γαλλική χαλυβουργία Arcelor, και οι μετρήσεις που αναφέρονται έχουν γίνει με οπτική μικροσκοπία (image analysis) και με μαγνητικές μεθόδους (sigmametry) στο τμήμα έρευνας και ανάπτυξης της εταιρίας [6].

Ενδιαφέρον παρουσιάζεται από την ύπαρξη συγκριτικά μεγάλου ποσοστού καρβιδίων στους χάλυβες. Ειδικότερα το 8% των καρβιδίων που εμφανίζεται στα δοκίμια του χάλυβα DP500 τα οποία έχουν υποστεί ανόπτηση στους 800 °C οφείλεται πιθανότατα στην θερμική αυτή κατεργασία την οποία έχουν υποστεί.

Πίνακας 3.3: Μέγεθος κόκκων και ποσοστά φάσεων στους χάλυβες διπλής φάσης DP500 και DP600

Ονομασία	Διεργασία	Μέγεθος κόκκου φερρίτη (μm)	% μαρτενσίτης	% καρβίδια
DP600	Ελασμένος εν θερμώ	5,5	6	3 (περλίτης)
DP500	Μετά από συνεχή ανόπτηση στους 800 °C	8	5	8

Στον **Πίνακα 3.4** παρουσιάζονται το μέγεθος του κόκκου του φερρίτη και τα ποσοστά του παραμένοντα ωστενίτη και μαρτενσίτη. Η ύπαρξη μαρτενσίτη δεν οφείλεται αποκλειστικά στο φαινόμενο της πλαστικότητας μετασχηματισμού, αλλά σε αυτή την περίπτωση μπορεί να έγινε κατά τη θερμική κατεργασία.

Πίνακας 3.4: Μέγεθος κόκκων και ποσοστά φάσεων στον χάλυβα TRIP800

Ονομασία	Διεργασία	Οπτική μικροσκοπία		Μαγνητικές μετρήσεις
		Μέγεθος κόκκου φερρίτη (μm)	% μαρτενσίτης + παραμένων ωστενίτης	% παραμένων ωστενίτης
TRIP800	Μετά από συνεχή ανόπτηση στους 800 °C	4	20	18

3.3 Χάλυβες TRIP1 και TRIP2

3.3.1 Θερμική κατεργασία και μηχανικές ιδιότητες

Οι χάλυβες TRIP1 και TRIP2 είναι μέρος μιας σειράς χαλύβων TRIP που παρασκευάστηκαν για ερευνητικούς σκοπούς και έχουν ο καθένας διαφορετικά χαρακτηριστικά. Κάθε χάλυβας έχει και διαφορετική σύσταση και τυλίχθηκαν σε δύο διαφορετικές θερμοκρασίες (high coiling – low coiling). Στο πανεπιστήμιο του Aachen οι χάλυβες αυτοί κατεργάστηκαν περαιτέρω και δημιουργήθηκαν διαφορετικά δοκίμια. Οι θερμοκρασίες και οι χρόνοι θερμικής κατεργασίας παρουσιάζονται στον **Πίνακα 3.5**, καθώς οι μηχανικές ιδιότητες των TRIP1 και TRIP2 εμφανίζονται παρακάτω στον **Πίνακα 3.6** [7].

Πίνακας 3.5: Θερμικές κατεργασίες των TRIP1 και TRIP2

Χάλυβας	Θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης T_1 (°C)	Χρόνος ανόπτησης t_1 (sec)	Ρυθμός ψύξης K/sec	Θερμοκρασία μπαινιτικού μετασχηματισμού T_2 (°C)	Χρόνος μπαινιτικού μετασχηματισμού t_2 (sec)
TRIP1	803	180	20	400	200
TRIP2	798	180	20	400	200

Πίνακας 3.6: Μηχανικές ιδιότητες των TRIP1 και TRIP2

Χάλυβας	Τεχνητό όριο διαρροής $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Άνω όριο διαρροής (MPa)	Κάτω όριο διαρροής (MPa)	UTS (MPa)	Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη γ_R (%)
TRIP1	459	---	---	757	12.1
TRIP2	---	666	615	821	14.1

3.3.2 Διακοπτόμενες δοκιμές εφελκυσμού – Μετρήσεις παραμένοντα ωστενίτη

Τα δοκίμια των χαλύβων TRIP1 και TRIP2 υποβλήθηκαν σε διακοπτόμενες δοκιμές εφελκυσμού στο πανεπιστήμιο του Aachen, σε τρία διαφορετικά θερμοκρασιακά επίπεδα και σε διαφορετικούς βαθμούς παραμόρφωσης. Κατά τις διακοπτόμενες δοκιμές εφελκυσμού, τα υλικά κόπηκαν σε όμοια δοκίμια, το καθένα από τα οποία εφελκύστηκαν σε μηχανή εφελκυσμού έως ένα σημείο και έπειτα αφέθηκαν χωρίς την επιβολή επιπλέον τάσης. Οι παραμορφώσεις που επιβλήθηκαν στα δοκίμια ήταν από 2% έως και 20% [7].

Οι συγκεκριμένοι χάλυβες υπολογίζεται πως έχουν θερμοκρασία M_s^σ 10 ± 5 °C, και γι' αυτό οι τρεις θερμοκρασίες που επιλέχθηκαν και στις

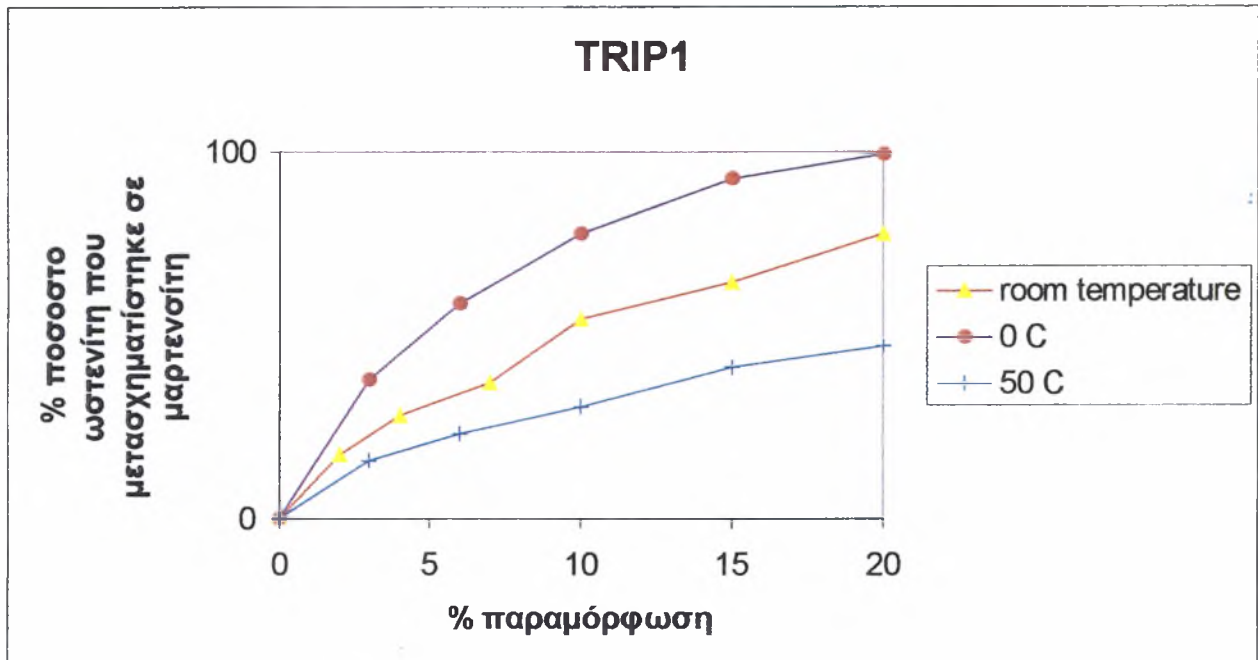
οποίες έγιναν οι μετρήσεις ήταν οι 0 °C, η θερμοκρασία περιβάλλοντος και οι 50 °C. Στον **Πίνακα 3.7** παρουσιάζονται οι μετρήσεις του παραμένοντα ωστενίτη που έγιναν με μαγνητική μέθοδο στο πανεπιστήμιο του Aachen για τα διάφορα δοκίμια. Οι μετρήσεις έγιναν μετά το πέρας της δοκιμής εφελκυσμού, και από την διαφορά του ποσοστού που εμφανίζεται στον **Πίνακα 3.7** από το αρχικό ποσοστό που παρουσιάστηκε στον **Πίνακα 3.6** υπολογίζεται το ποσοστό του ωστενίτη που μετασχηματίζεται λόγω του φαινομένου της πλαστικότητας μετασχηματισμού.

Πίνακας 3.7: Μετρήσεις παραμένοντα ωστενίτη στους TRIP1 και TRIP2

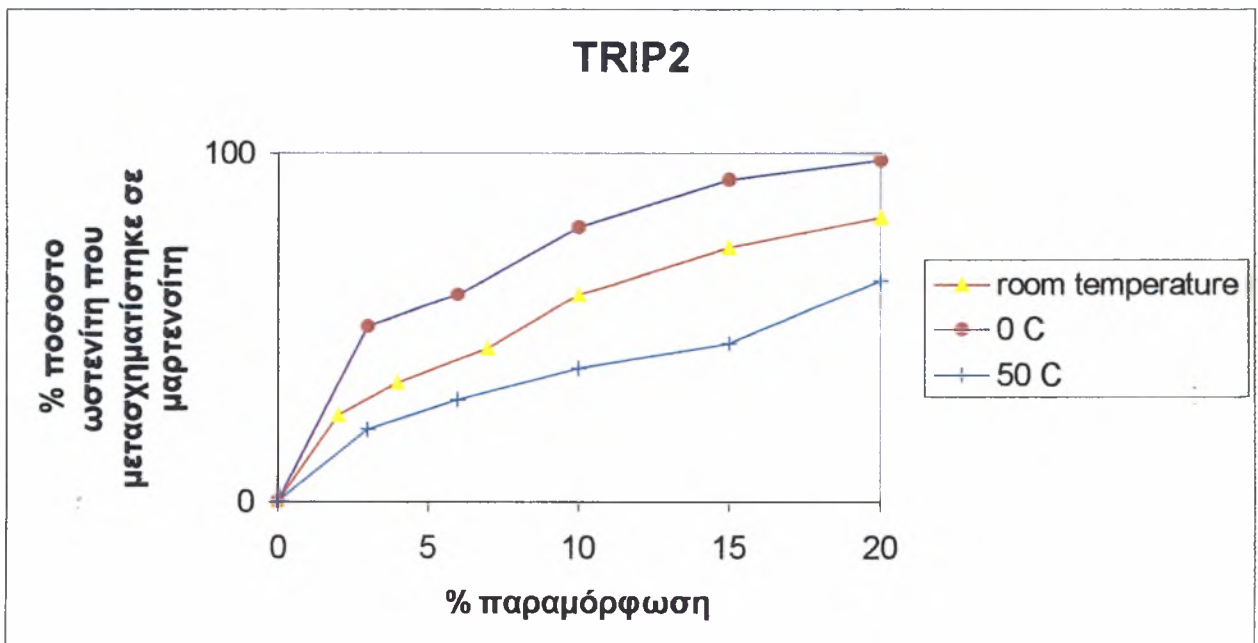
Θερμοκρασία δοκιμής εφελκυσμού	Ποσοστό παραμόρφωσης (%)	Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη γ_R (%) TRIP 1	Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη γ_R (%) TRIP 2
Θερμοκρασία δωματίου	2	10,0	10,6
	4	8,7	9,3
	7	7,6	7,9
	10	5,5	5,7
	15	4,3	3,8
	20	2,7	2,6
0 °C	3	7,5	7,0
	6	5,0	5,7
	10	2,7	3,0
	15	0,9	1,1
	20	0,1	0,3
50 °C	3	10,2	11,2
	6	9,3	10,0
	10	8,4	8,7
	15	7,1	7,7
	20	6,4	5,1

Τα διαγράμματα που ακολουθούν βασίζονται στα στοιχεία των δύο παραπάνω πινάκων και παριστούν το ποσοστό του παραμένοντα ωστενίτη που έχει μετασχηματιστεί σε μαρτενσίτη, σε συνάρτηση με την παραμόρφωση που υφίσταται το δοκίμιο. Οι τρεις γραμμές που παρουσιάζονται σε κάθε γράφημα παριστούν και τις τρεις διαφορετικές

θερμοκρασίες κάτω από τις οποίες έγινε το πείραμα εφελκυσμού. Επίσης, περισσότερο λεπτομερή διαγράμματα υπάρχουν στο Παράρτημα 2, όπου φαίνονται τα ποσοστά του ωστενίτη και του μαρτενσίτη σε όλες τις θερμοκρασίες που έγινε το πείραμα.



Εικόνα 3.1 Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη στον TRIP1 κατά τη δοκιμή εφελκυσμού



Εικόνα 3.2 Ποσοστό παραμένοντα ωστενίτη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη στον TRIP2 κατά τη δοκιμή εφελκυσμού

3.4 Μεταλλογραφική ανάλυση

Η τεράστια εξάρτηση των φυσικών και μηχανικών ιδιοτήτων των χαλύβων από την μικροδομή καθιστά την μεταλλογραφική ανάλυση απαραίτητο κομμάτι στην εξακρίβωση και κατανόηση της εξάρτησης αυτής των ιδιοτήτων των χαλύβων. Για να αποκαλυφθούν συγκεκριμένα χαρακτηριστικά, διάφορες μέθοδοι αποκάλυψης της μικροδομής έχουν αναπτυχθεί, μεταξύ των οποίων η χημική προσβολή, η οποία είναι η πλέον εύκολη και συχνότερα χρησιμοποιούμενη. Αυτή η τεχνική χρησιμοποιεί μια ελεγχόμενη διάβρωση που πηγάζει από τις διαφορές των ηλεκτροχημικών δυναμικών των διαφόρων περιοχών της επιφάνειας με φυσικές ή χημικές ετερογένειες. Η χημική προσβολή επιλεκτικά χρωματίζει ή αποχρωματίζει τις διάφορες φάσεις που αποτελούν το υλικό.

Εκτός από τα γενικής χρήσης για χάλυβες αντιδραστήρια χημικής προσβολής, όπως είναι το Nital (διάλυμα νιτρικού οξέος σε αλκοόλη, το οποίο χρησιμοποιείται πολύ σε φερριτο-περλιτικούς χάλυβες), ένας μεγάλος αριθμός αντιδραστηρίων έχει αναπτυχθεί για την αποκάλυψη συγκεκριμένων χαρακτηριστικών της μικροδομής. Από βιβλιογραφική έρευνα που διεξήχθη, επιλέχθηκαν τέσσερα συγκεκριμένα αντιδραστήρια, εκτός του Nital, τα αποτελέσματα της χρησιμοποίησής των οποίων θα συζητηθούν στο κεφάλαιο 4. Παρακάτω παρουσιάζονται οι χημικές συστάσεις και οι συνήθεις χρόνοι προσβολής τους, καθώς γίνεται και μια περιγραφή του τρόπου επιλογής των χρόνων χημικής προσβολής στην αρχή.

3.4.1 Nital.

Το *Nital*, όπως έχει ήδη αναφερθεί και σε προηγούμενο κεφάλαιο είναι το πιο κοινό αντιδραστήριο χημικής προσβολής που απαντάται σε ένα εργαστήριο που ασχολείται με την μεταλλογραφία των χαλύβων. Αυτό οφείλεται κυρίως στην ικανότητά του να αποκαλύπτει τα όρια μεταξύ των κόκκων του φερρίτη και του σεμεντίτη, και να χρωματίζει το δεύτερο γκρι σκούρο ή μαύρο. Έτσι, καθώς οι φερριτο – περλιτικοί χάλυβες καλύπτουν το μεγαλύτερο ποσοστό των χρησιμοποιούμενων χαλύβων στη βιομηχανία, το *Nital* απολαμβάνει ευρείας χρήσης και αποδοχής.

Η χημική του σύσταση ποικίλει κατά μικρά ποσοστά, αλλά κυρίως χρησιμοποιείται ένα διάλυμα 2% νιτρικού οξέος (HNO_3) σε αιθυλική αλκοόλη ($\text{C}_2\text{H}_6\text{OH}$), αλλά το ποσοστό αυτό μπορεί να αυξηθεί σε 5% ή και σε εξαιρετικές περιπτώσεις να φτάσει τα επίπεδα του 10 – 15% [8].

Οι χρόνοι προσβολής είναι ισχυρή συνάρτηση της χημικής του σύστασης και τις περισσότερες φορές εξαρτώνται και από τη μικροδομή του υλικού, από τις φάσεις δηλαδή που εμπεριέχονται στο εσωτερικό του, καθώς και από τις θερμικές κατεργασίες τις οποίες έχει υποστεί. Όταν πρόκειται για έναν φερριτο – περλιτικό χάλυβα για παράδειγμα, το δοκίμιο εμβαπτίζεται σε ένα αντιδραστήριο *Nital* 2% για 8-10 sec ως αρχική δοκιμή. Το αντιδραστήριο έπειτα αφαιρείται από την επιφάνεια του δοκιμίου, αρχικά με αρκετό απιονισμένο νερό και έπειτα με καθαρή αλκοόλη για την αποφυγή δημιουργίας λεκέδων στην επιφάνεια. Το δοκίμιο, τέλος, στεγνώνεται σε θερμό αέρα.

Μετά από την πρώτη δοκιμή το δοκίμιο ελέγχεται, πρώτα με γυμνό μάτι και έπειτα με την χρήση του οπτικού μικροσκοπίου. Σ' αυτό το στάδιο υπεισέρχεται ισχυρά ο παράγοντας της εμπειρίας. Μετά το τέλος της χημικής προσβολής, ακόμα και με γυμνό μάτι, ο έμπειρος μελετητής μπορεί να αντιληφθεί εάν το δοκίμιο είναι έτοιμο για οπτική μικροσκοπία, εάν το αντιδραστήριο δεν έχει προσβάλλει το δοκίμιο σε βαθμό που να αναγνωρίζεται η μικροδομή του (*under-etched*), τουλάχιστον αυτή που προδιαγράφεται να αποκαλυφθεί, είτε εάν πρόκειται για την περίπτωση όπου το αντιδραστήριο έχει προσβάλλει το δοκίμιο σε μεγάλο βαθμό, δηλαδή το έχει «κάψει», και δεν διακρίνονται πλέον φάσεις ή δεν μπορεί να γίνει καλή εστίαση λόγω διαφορετικών επιπέδων που έχουν δημιουργηθεί από μεγάλες διαφορές μεταξύ της σκληρότητας των φάσεων (*over-etched*). Βέβαια, στην περίπτωση όπου δεν είναι δυνατή η οπτική αναγνώριση, ο έλεγχος με το οπτικό μικροσκόπιο μπορεί να οδηγήσει στο ίδιο αποτέλεσμα, ή απλά να επιβεβαιώσει τα αποτελέσματα που δίνει η οπτική αναγνώριση.

Ανάλογα με τα αποτελέσματα που δίνει η πρώτη δοκιμή, επιλέγεται και η συνέχεια στη ροή της διαδικασίας. Αν το δοκίμιο δεν είναι στην επιθυμητή κατάσταση, επιλέγεται να διαφοροποιηθούν κάποια από τις παραμέτρους που εισήχθησαν στην διαδικασία, με πρώτη τη επιλογή το χρόνο. Αν έχει «καεί» το δοκίμιο, εφ' όσον στυλβωθεί από την αρχή, εμβαπτίζεται στο αντιδραστήριο για μικρότερο χρονικό διάστημα από πριν και επαναλαμβάνεται ο έλεγχος. Αν όμως το δοκίμιο δεν έχει προσβληθεί αρκετά για να δημιουργηθεί η απαιτούμενη αντίθεση (*contrast*), υπάρχουν δύο επιλογές. Η πρώτη από αυτές είναι να συνεχιστεί η διαδικασία από εκεί που είχε μείνει, δηλαδή να επανεμβαπτιστεί το δοκίμιο στο αντιδραστήριο για ένα επιπλέον χρονικό διάστημα. Η άλλη επιλογή είναι να στυλβωθεί το δοκίμιο εκ νέου και να επαναληφθεί η χημική προσβολή από την αρχή.

3.4.2 Beraha.

Το διάλυμα αυτό πήρε το όνομά του από τον καθηγητή Dr. Emanuel Beraha που πρώτος το χρησιμοποίησε. Ο Beraha δούλεψε πολύ στις διαφοροποιήσεις των αντιθέσεων, χρησιμοποιώντας διάφορα χημικά αντιδραστήρια. Το χημικό αντιδραστήριο που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα εργασία είναι ένα εκ των τριών τα οποία προτείνει ο Beraha και αποτελούν μια σειρά με δείκτες I, II, III. Το Beraha I, λοιπόν που χρησιμοποιήθηκε στο εργαστήριο σε χάλυβες TRIP, αποτελείται από δύο διαλύματα, το διάλυμα βάσης και το τελικό διάλυμα.

Το διάλυμα βάσης παρασκευάζεται με την προσθήκη 24 γραμμαρίων δι-φθοριούχου αμμωνίου (NH_4F_2) σε 1000 ml απεσταγμένου νερού και 200 ml υδροχλωρίου (HCl). Το διάλυμα βάσης πρέπει να διατηρηθεί χωρίς ανάδευση και περαιτέρω επεξεργασία για τουλάχιστον 24 ώρες, οπότε και μπορούν να αφαιρεθούν 100 ml διαλύματος βάσης (base stock solution) για να παρασκευαστεί το τελικό διάλυμα. Το τελικό διάλυμα προέρχεται από το αρχικό, με την προσθήκη 1 gr θειικού καλίου ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_4$) [9]. Το Beraha I είναι τότε έτοιμο για χημική προσβολή.

Οι χρόνοι προσβολής ποικίλουν όπως έχει προαναφερθεί. Για χάλυβες διπλής φάσης προδιαγράφονται 30 sec – 1 min. Αυτό όμως που προδιαγράφεται επίσης είναι και ο περιορισμένος χρόνος ζωής του αντιδραστηρίου, καθώς το τελικό διάλυμα Beraha I διαρκεί μόνο για λίγες ώρες, ενώ το διάλυμα βάσης μπορεί να διατηρηθεί για λίγες μέρες, ανάλογα πάντα με τις συνθήκες διατήρησης, την θερμοκρασία, την υγρασία, τα δοχεία αποθήκευσης κ.α.

3.4.3 Klemm.

Το χημικό αντιδραστήριο αυτό έχει πολλές ομοιότητες με το παραπάνω, δηλαδή το *Beraha*. Αποτελεί και αυτό ένα μέρος μιας σειράς με δείκτες I, II, III. Για την περίπτωση των TRIP και DP συνίσταται το *Klemm I*. Αποτελείται από δύο διαλύματα επίσης, το διάλυμα βάσης και το τελικό διάλυμα. Οι συνιστώμενοι χρόνοι είναι οι ίδιοι και είναι πλέον ζήτημα πειραματικό ποιος είναι ο χρόνος που θα εμβαπτιστεί το εκάστοτε δοκίμιο, όπως έχει προαναφερθεί.

Το διάλυμα βάσης είναι ένα υδατικό υπέρκορο διάλυμα που μπορεί να παρασκευαστεί, με την προσθήκη 1 Kg Θειοθειικού νατρίου ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) σε 300 ml απεσταγμένου νερού. Το διάλυμα βάσης πρέπει να διατηρηθεί χωρίς ανάδευση και περαιτέρω επεξεργασία για τουλάχιστον 24 ώρες, οπότε και μπορούν να αφαιρεθούν 100 ml διαλύματος βάσης (base stock solution) για να παρασκευαστεί το τελικό διάλυμα. Το τελικό διάλυμα προέρχεται από το αρχικό, με την προσθήκη 2 gr θειικού καλίου ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_4$) [10]. Το *Klemm I* είναι τότε έτοιμο για χημική προσβολή.

3.4.4 LePera.

Ο Dr Frank LePera δούλεψε συνεχίζοντας τη μελέτη του Beraha και δημιούργησε και εφάρμοσε πολλούς συνδυασμούς χημικών αντιδραστηρίων, με κύριο συστατικό το μεταδιθειώδες νάτριο ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$). Το χημικό αντιδραστήριο που φέρει και το όνομά του, αποτελείται από ένα μείγμα 1% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ σε απεσταγμένο νερό και 4% πικρικού οξέος [$\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3\text{OH}$] σε αιθυλική αλκοόλη (4% **picral**) με αναλογία ανάμιξης 1:1 [11].

Η πειραματική διαδικασία που ακολουθείται έως και την στίλβωση του δοκιμίου είναι η ίδια που έχει περιγράφει στην μεθοδολογία στο κεφάλαιο 1. Το δοκίμιο εμβαπτίζεται στο διάλυμα του πικρικού οξέος για 6-8 δευτερόλεπτα και έπειτα ξεπλένεται με νερό και ξανά στίλβώνεται με διαμαντόσκονη με μέγεθος σωματιδίων 3 μm . Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται, έως ότου καθαριστεί η επιφάνεια του μετάλλου από κάποια ίσως παραπλανητικά επιφανειακά στρώματα, προσέχοντας κάθε φορά να αφαιρείται τελείως η θολή εμφάνιση που έχει δημιουργηθεί από την προηγούμενη διαδικασία. Συνήθως απαιτούνται 2-3 ακολουθίες προσβολής και λείανσης πριν αφαιρεθούν καλά τα επιφανειακά στρώματα μετάλλου. Τέλος το δοκίμιο στίλβώνεται εκ νέου με διαμαντόσκονη μεγέθους σωματιδίων 1 μm αυτή τη φορά.

Έπειτα, τα δύο διαλύματα των χημικών αντιδραστηρίων αναμιγνύονται και το δοκίμιο εμβαπτίζεται άμεσα για 5-10 δευτερόλεπτα. Για τους χάλυβες διπλής φάσης ένας χρόνος της τάξης των 5-6 δευτερολέπτων είναι συνήθως επαρκής. Το δοκίμιο θα πρέπει να ταλαντεύεται κατά την διάρκεια της εμβάπτισης στο αντιδραστήριο με σκοπό την ανάδευση του αντιδραστηρίου και την απομάκρυνση από την επιφάνεια τυχόν αλάτων που δημιουργούνται από χημικές αντιδράσεις μεταξύ αντιδραστηρίου και μετάλλου. Έπειτα το δοκίμιο ξεπλένεται σε αλκοόλη και στεγνώνεται σε θερμό αέρα.

Μετά το πέρας της χημικής προσβολής, το δοκίμιο πρέπει να έχει πάρει ένα χρυσό-χάλκινο χρώμα και με αποχρώσεις του μπλε. Στο εσωτερικό του δοκιμίου, με την βοήθεια οπτικού μικροσκοπίου μπορούν να αναγνωριστούν οι διάφορες φάσεις. Ο μαρτενσίτης εμφανίζεται άσπρος, ο μπαινίτης μαύρος και ο φερρίτης είναι είτε καφέ είτε μπλε. Εάν οι κόκκοι του φερρίτη έχουν πάρει μια μπλε απόχρωση, αυτό υποδηλώνει πως χρειαζόταν λιγότερος χρόνος χημικής προσβολής. Αυτό μπορεί να συμβεί λόγω διαφορετικών κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών στους κόκκους του φερρίτη.

Από την παραπάνω περιγραφή του χημικού αυτού αντιδραστηρίου, είναι φανερό πως η εφαρμογή του περιορίζεται σε χάλυβες διπλής φάσης. Μπορεί να δώσει εξαιρετικά αποτελέσματα σε περιπτώσεις όπου το ενδιαφέρον υπάρχει για τον διαχωρισμό του φερρίτη από τον μαρτενσίτη,

καθώς και σε μείγματα φάσεων όπου εμπεριέχεται και μπαινίτης. Το μεγαλύτερο μειονέκτημα που παρουσιάζει και παρεμποδίζει την επέκταση της χρήσης του σε ακόμα πιο πολύπλοκες δομές, όπως είναι και η δομή των χαλύβων TRIP, είναι η αδυναμία του διαχωρισμού του μαρτενσίτη από τον παραμένοντα ωστενίτη.

3.4.5 Modified LePera.

Επειδή για την μελέτη των χαλύβων TRIP είναι ουσιαστική η αναγνώριση του μαρτενσίτη από τον παραμένοντα ωστενίτη, και δεδομένης της καλής απόδοσης του *LePera* στην εξακρίβωση και τον διαχωρισμό του μπαινίτη και του φερρίτη από τις άλλες φάσεις, προτάθηκε μια παραλλαγή του *LePera* για τον κρίσιμο διαχωρισμό μαρτενσίτη – ωστενίτη. Η παραλλαγή έγκειται και στην χημική σύσταση των δύο διαλυμάτων που πρότεινε ο *LePera* αλλά και στην χρήση τους.

Το νέο αυτό αντιδραστήριο χρησιμοποιεί αρχικά μια χημική προσβολή με ένα διάλυμα πικρικού οξέος 4% σε αιθυλική αλκοόλη όπως και το *LePera* μόνο που στο εν λόγω διάλυμα έχει προστεθεί και 1 ml υδροχλωρικού οξέος στα 100 ml *picral*. Η προσθήκη του υδροχλωρικού οξέος γίνεται για τη βελτίωση της χημικής προσβολής των ορίων των κόκκων και για την όξυνση της εμφάνισης των καρβιδίων του σιδήρου. Ο χρόνος εφαρμογής του «ενισχυμένου» *picral* προδιαγράφεται στα 18-20 δευτερόλεπτα. Το δεύτερο στάδιο, ύστερα από ξέπλυμα με αιθυλική αλκοόλη και στέγνωμα σε θερμό αέρα, είναι η χημική προσβολή του δοκιμίου με διάλυμα 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ σε απεσταγμένο νερό για 8-10 δευτερόλεπτα [12].

Συνολικά, οι συστάσεις των αντιδραστηρίων που χρησιμοποιήθηκαν και οι συνιστώμενοι χρόνοι εμφανίζονται στον **Πίνακα 3.8**:

Πίνακας 3.8: Χημικές συστάσεις των αντιδραστηρίων που χρησιμοποιήθηκαν και συνιστώμενοι χρόνοι

Όνομα	Συστάσεις		Αναλογία ανάμιξης	Συνήθεις-Προτεινόμενοι χρόνοι	Βιβλιογραφική πηγή
	Διάλυμα 1	Διάλυμα 2			
Nital	2% HNO_3 σε $\text{C}_2\text{H}_6\text{OH}$	---	---	8 – 10 sec	[6]
Beraha I	24 gr NH_4F_2 + 1000 ml H_2O + 200ml HCl	100 ml [1] + 1 gr $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_4$	---	30 – 60 sec 1 – 2 min	[7]
Klemm I	1 Kg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 300 ml H_2O	100 ml [1] + 2 gr $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_4$	---	30 – 60 sec 1 – 2 min	[8]
LePera	4% $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3$ OH σε $\text{C}_2\text{H}_6\text{OH}$	1% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ σε νερό	1:1	5 – 10 sec	[9]
Modified LePera	4% $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3$ OH + 1% HCl σε $\text{C}_2\text{H}_6\text{OH}$	10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ σε νερό	1:1	18 – 20 sec 8 – 10 sec	[10]

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4.

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ – ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

4.1 Μεταλλογραφία χαλύβων TRIP

Κατά τη μεταλλογραφική ανάλυση των χαλύβων TRIP, οι οποίοι ήταν και οι πιο ενδιαφέροντες από μεταλλουργικής πλευράς, καθώς δεν έχει πλήρως διερευνηθεί ακόμα ο συσχετισμός των ιδιοτήτων τους με την μικροδομή που παρουσιάζουν, δοκιμάστηκαν όλα τα χημικά αντιδραστήρια που προαναφέρθηκαν. Τα περισσότερα από αυτά έδωσαν αποτελέσματα, αλλά τελικά δεν έγινε δυνατό να μετρηθούν πειραματικά τα ποσοστά του παραμένοντα ωστενίτη στους χάλυβες που εξετάστηκαν μέσω οπτικής μικροσκοπίας. Κάτι τέτοιο βέβαια ήταν γνωστό πως θα παρουσίαζε αρκετές δυσκολίες, λόγω της πολυπλοκότητας που έχουν τα προηγμένα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν στην προετοιμασία τους, αλλά και στην εξαιρετικά πολύπλοκη δομή που παρουσιάζουν οι χάλυβες αυτοί και της πολύ λεπτής διασποράς των σωματιδίων του ωστενίτη.

4.1.1 Nital

Επιλέχθηκε ένα δοκίμιο από τον χάλυβα *TRIP1* να προσβληθεί χημικά με *Nital* 2%, για την εξακρίβωση των χαρακτηριστικών της μικροδομής του χάλυβα που τονίζονται από το χημικό αυτό αντιδραστήριο. Αποτέλεσμα της πρώτης αυτής δοκιμής είναι η φωτογραφία που παρουσιάζεται παρακάτω ως **Εικόνα 4.1**. Στη φωτογραφία αυτή μπορούν να διακριθούν καθαρά με άσπρο χρώμα οι κόκκοι του φερρίτη. Τα σωματίδια που εμφανίζονται με μαύρες αποχρώσεις είναι σωματίδια των υπολοίπων φάσεων που εμπεριέχονται στο δοκίμιο του χάλυβα *TRIP1*. Αντιλαμβάνεται λοιπόν κανείς πως το *Nital* δεν μπορεί να διαχωρίσει τα σωματίδια που προέρχονται από τις θερμικές κατεργασίες του ωστενίτη, δηλαδή τον μπαινίτη και τον παραμένοντα ωστενίτη, πόσο μάλλον να δώσει σαφείς ενδείξεις για το ποσοστό του παραμένοντα ωστενίτη που έχει μετασχηματιστεί.



Εικόνα 4.1 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1 έπειτα από χημική προσβολή με Nital 2% για 15 sec.

4.1.2 LePera

Έπειτα από την δοκιμή με το *Nital*, δοκιμάστηκε χημική προσβολή με το *LePera*. Όλα τα δοκίμια των χαλύβων που εξετάστηκαν ελέγχθηκαν με το αντιδραστήριο αυτό, γιατί όπως θα φανεί και παρακάτω, πραγματοποιεί επακριβώς τους διαχωρισμούς των φάσεων που αναφέρονται στο άρθρο του F. LePera. Βέβαια, κατά τη διάρκεια των πολλαπλών χημικών προσβολών που έγιναν έως τη στιγμή που εξακριβώθηκε κάθε ένας παράγοντας που συμμετέχει στην πειραματική διαδικασία καθώς και η συμβολή του, οι μεταλλογραφίες που εξαγόταν δεν ήταν αντάξιες των τελικών.

Συγκεκριμένα, στις πρώτες φωτογραφίες, το δοκίμιο ήταν καλυμμένο από ένα λεπτό στρώμα που θα μπορούσε να παρομοιαστεί με ένα σύννεφο που έκρυβε την μικροδομή. Το στρώμα αυτό ήταν αρκετά ανομοιογενές στην επιφάνεια που κάλυπτε πάνω στο δοκίμιο και αυτό φαινόταν στις μικρές μεγεθύνσεις των 50x και 100x. Εμφανιζόταν με την μορφή κύκλων έξω από τους οποίους το δοκίμιο ήταν πολύ θολό και άχρωμο, ενώ μέσα διακρινόταν κάποια σωματίδια με αποχρώσεις κυρίως του μπλε ή του καφέ. Όπως έγινε κατανοητό εκ των υστέρων, τα

σωματίδια με τις μπλε αποχρώσεις ήταν οι κόκκοι φερρίτη που είναι η κυρίαρχη φάση και προβάλλει σαν μητρική. Όσον αφορά το λόγο που οδηγούσε στην εμφάνιση των «σύννεφων» στην επιφάνεια του δοκιμίου, ήταν καθαρά ο χρόνος ζωής του αντιδραστήριου.

Τα δύο διαλύματα που συνιστώνται στο άρθρο του συγγραφέα έχουν χρόνο ζωής περίπου ένα μήνα, αν αποθηκεύονται καλά, με μειούμενη βέβαια δραστική ικανότητα με το πέρασμα των ημερών. Από τη στιγμή όμως που αναμιγνύονται ο χρόνος ζωής τους μειώνεται δραστικά και το τελικό διάλυμα μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τα επόμενα 1 ή 2 λεπτά! Αυτό είναι αποτέλεσμα χημικών αντιδράσεων που συντελούνται ανάμεσα στα συστατικά των δύο αρχικών διαλυμάτων, αλλά η λεπτομερής περιγραφή τους δεν ενδιαφέρει την εργασία αυτή. Μάλιστα, είναι τόσο δραστική η εξασθένιση που συντελείται στην δραστική ικανότητα των δύο διαλυμάτων που, μετά το πέρασμα των δύο λεπτών, ο χρόνος που χρειάζεται για να γίνει μια χημική προσβολή πολλαπλασιάζεται σε σχέση με τον αρχικό ή ακόμα και απειρίζεται. Το διάλυμα τότε αρχίζει να σχηματίζει ίζημα – πιθανώς άλας του πικρικού οξέος – και δεν μπορεί να ξαναχρησιμοποιηθεί.

Το δεύτερο πρόβλημα το οποίο ανέκυψε ήταν ο χρόνος της χημικής προσβολής, ο οποίος έπρεπε και να περιοριστεί σε κάποια όρια, για να αποκαλυφθεί η μικροδομή του δοκιμίου. Τα πειράματά ξεκίνησαν όπως και πριν με τους χάλυβες *TRIP1* και *TRIP2*. Οι χάλυβες αυτοί έχουν μικροδομή *TRIP* και η βιβλιογραφία δεν αναφέρεται στο χρονικό διάστημα που απαιτείται για την χημική προσβολή τους με το χημικό αντιδραστήριο του *LePera*. Έτσι η πειραματική διαδικασία βασίστηκε αρχικά στον χρόνο που προδιαγραφόταν για τους χάλυβες διπλής φάσης στο άρθρο του *LePera*, δηλαδή τα 5 – 10 δευτερόλεπτα. Από την δοκιμή αυτή πάρθηκε μια μεταλλογραφία άχρωμη και με μεγάλη φωτεινότητα, όπου δεν μπορούσαν να διαχωριστούν οι φάσεις. Φανερό ήταν πως το δοκίμιο ήταν στην κατηγορία *under-etched*, δηλαδή το επόμενο βήμα ήταν να εμβαπτιστεί το δοκίμιο στο χημικό αντιδραστήριο για μεγαλύτερο χρονικό διάστημα. Επόμενος χρόνος ήταν τα 20 δευτερόλεπτα, με την κατάσταση να βελτιώνεται, αλλά το contrast να παραμένει σε χαμηλά επίπεδα και η επιφάνεια του δοκιμίου να παραμένει αρκετά φωτεινή. Τότε έγινε ένα άλμα στην χρονική ακολουθία με την δοκιμή να φτάνει στο 1 λεπτό. Αποτέλεσμα ήταν να «καεί» το δοκίμιο και να μαυρίσουν οι περισσότερες περιοχές του.

Η αποτυχημένη τελευταία δοκιμή, έδωσε ωστόσο ένα αρχικό, έστω ευρύ, χρονικό φάσμα. Ο χρόνος της χημικής προσβολής έπρεπε να περιοριστεί ανάμεσα στα 20 δευτερόλεπτα και το 1 λεπτό. Η δοκιμή στα 45 δευτερόλεπτα έδωσε αρκετά καλά αποτελέσματα, αλλά το έντονο μπλε χρώμα που εμφάνιζαν οι κόκκοι του φερρίτη προβλημάτισαν για την αξιοπιστία των αποτελεσμάτων και ώθησαν σε ακόμα μικρότερους

χρόνους, με αποτέλεσμα εξαιρετικές μεταλλογραφίες των χαλύβων *TRIP1* και *TRIP2* να εξάγονται με χημική προσβολή για 30 – 35 δευτερόλεπτα.

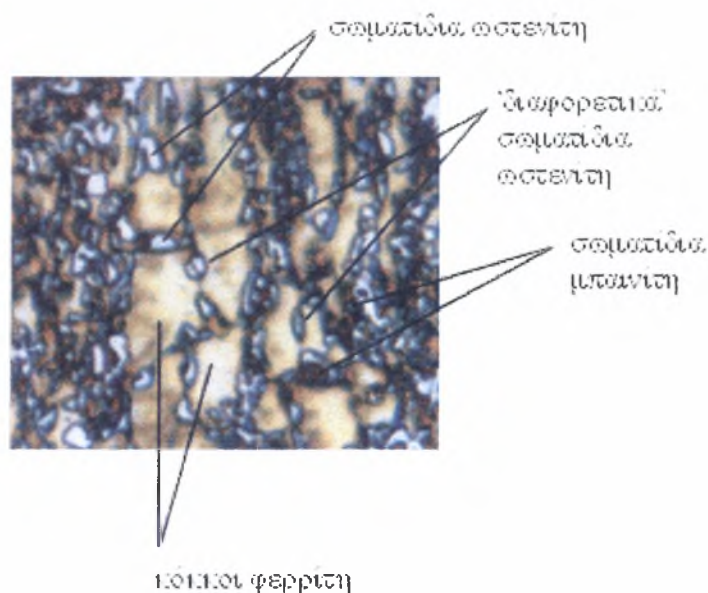
Ένα παράδειγμα της μικροδομής που αποκαλύφθηκε με την χρήση «φρέσκου» διαλύματος *LePera* και με εφαρμογή χρόνων κοντά στο μισό λεπτό φαίνεται στην **Εικόνα 4.2**. Στην εικόνα αυτή διακρίνονται με τα χρώματα του κίτρινου και του καφέ οι κόκκοι του φερρίτη, που ξεχωρίζουν άλλωστε και από το μέγεθος. Φαίνεται ότι το δοκίμιο έχει αποκτήσει μία κατευθυντικότητα, καθώς οι κόκκοι του φερρίτη μοιάζουν να έχουν τραβηχτεί κατά την κατακόρυφη διάσταση όπως φαίνεται η εικόνα. Αυτό είναι ένα χαρακτηριστικό που οφείλει το υλικό από την κατεργασία του και πιο συγκεκριμένα στην έλασή του για δημιουργία της λαμαρίνας. Με το μαύρο χρώμα εμφανίζονται τα σωματίδια του μπαινίτη, που είναι διάσπαρτα στο δοκίμιο. Τέλος, τα άσπρα σωματίδια είναι ο παραμένων ωστενίτης, είτε αυτός δεν έχει ακόμα μετασχηματιστεί, είτε έχει ήδη μετασχηματιστεί σε μαρτενσίτη.



Εικόνα 4.2 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα *TRIP1*, που έχει υποστεί μπαινιτικό μετασχηματισμό στους 400 °C για 200 sec και παραμορφώθηκε κατά την δοκιμή εφελκυσμού κατά 20%, μετά από προσβολή με *LePera* για 35 sec και σε μεγέθυνση 1000x.

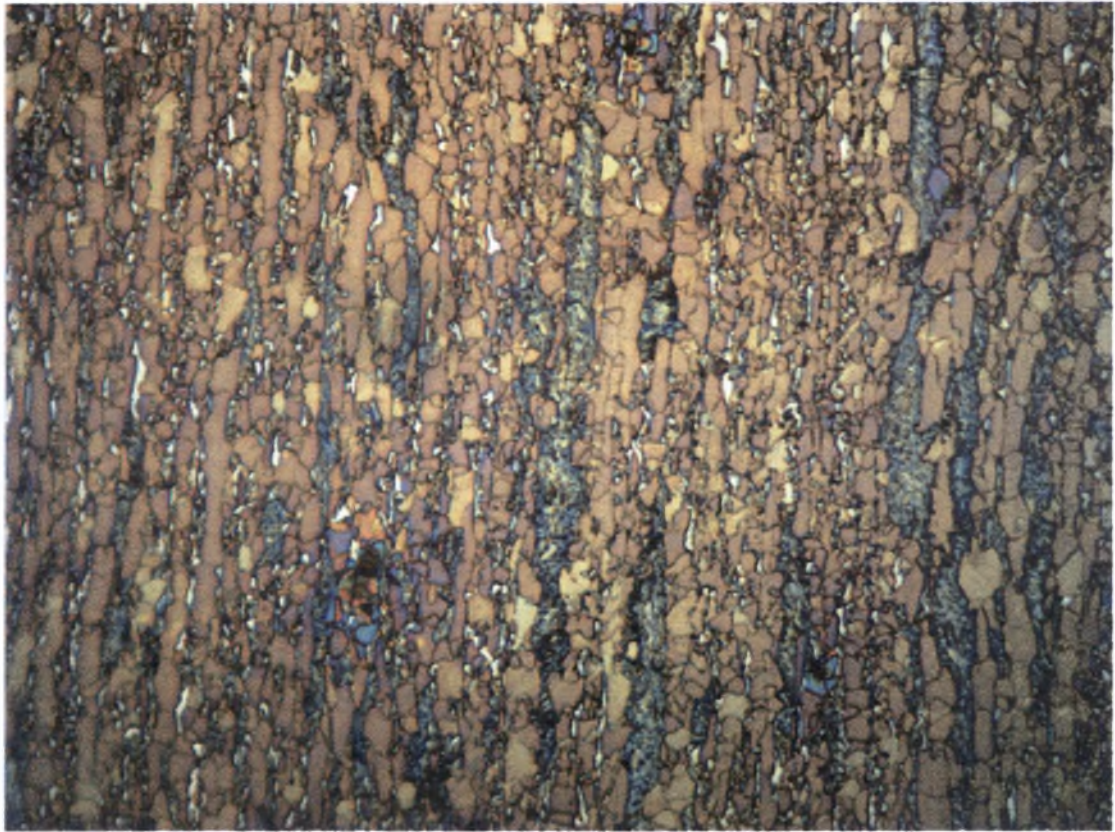
Σ' αυτό το σημείο εντοπίζεται και η αδυναμία αυτού του, κατά τα άλλα, εξαιρετικού αντιδραστηρίου. Το γεγονός δηλαδή ότι δεν μπορεί να διαχωρίσει σαφώς τον μαρτενσίτη από τον παραμένοντα ωστενίτη. Στην παρακάτω φωτογραφία, διακρίνονται δύο κατηγορίες μέσα στα ίδια τα λευκά σωματίδια. Υπάρχουν σωματίδια που είναι τελείως λευκά, αλλά υπάρχουν και σωματίδια τα οποία φέρουν κάποια χαρακτηριστικά που μπορεί να είναι ενδείξεις για την ύπαρξη μαρτενσίτη. Μπορούν να διακριθούν, σε κάποια σωματίδια, περιοχές που δεν είναι λευκές αλλά γκριζες. Όπως επίσης κάποιος μπορεί να διακρίνει πως μερικά λευκά σωματίδια διασχίζονται από μαύρες γραμμές, μία ή και περισσότερες.

Εικόνα 4.3 Λεπτομέρεια της Εικόνας 4.2.



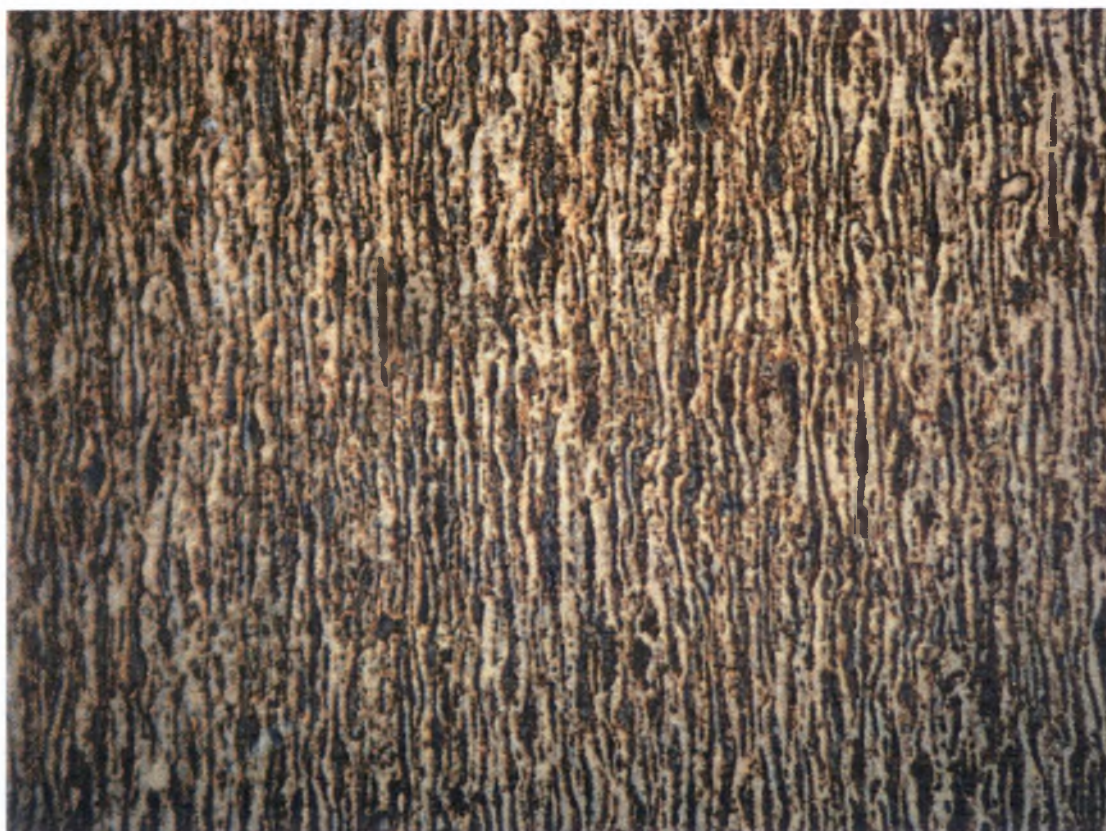
Τα παραπάνω όμως δεν αποτελούν παρά ενδείξεις της ύπαρξης μαρτενσίτη και όχι αποδείξεις. Αντιθέτως, υπάρχουν ενδείξεις που εξασθενούν την θεωρία που θέλει τα σημάδια που προαναφέρθηκαν να δείχνουν πως τα εν λόγω σωματίδια είναι μετασχηματισμένα. Αυτές είναι πως αρκετά από τα μεγάλα σωματίδια είναι τελείως λευκά και δεν εμφανίζουν κάτι ύποπτο. Αυτό αντιβαίνει με την θεωρία που θέλει τα μεγάλα σωματίδια, που συγκεντρώνουν πολλές θέσεις πυρήνωσης, να μετασχηματίζονται πρώτα.

Μία ακόμα φωτογραφία από μεταλλογραφία χαλύβων TRIP που αξίζει να παρουσιαστεί σ' αυτό το σημείο είναι η **Εικόνα 4.4**, η οποία προέρχεται από δοκίμιο του χάλυβα TRIP700 που έχει υποστεί έλαση εν θερμώ. Στην φωτογραφία αυτή διακρίνεται ο ωστενίτης με λευκό χρώμα, ο φερρίτης με καφέ – κίτρινο, όπως συνήθως, αλλά ο μαινίτης έχει πάρει αυτή τη φορά αποχρώσεις του πράσινου περισσότερο παρά μαύρου.



Εικόνα 4.4 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP700, hot-rolled μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec και σε μεγέθυνση 1000x

Τέλος, θα άξιζε να παρατεθεί μία φωτογραφία από χάλυβα TRIP αμέσως μετά την έλαση (full hard) και πριν διέλθει από τις θερμικές κατεργασίες, όπου αποκτά την τελική μικροδομή του. Η φωτογραφία αυτή είναι η **Εικόνα 4.5** όπου είναι εμφανές το αποτέλεσμα της έλασης από την κατευθυντικότητα των κόκκων.



Εικόνα 4.5 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP700 αμέσως μετά την έλαση (full hard), μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec και σε μεγέθυνση 1000x

4.1.3 Klemm I

Μετά την αδυναμία που παρουσιάστηκε στην μεταλλογραφική ανάλυση με το LePera να διαχωριστούν τα σωματίδια του μαρτενσίτη από αυτά του παραμένοντα ωστενίτη, έγινε νέα βιβλιογραφική έρευνα για την εξεύρεση χημικού αντιδραστήριου που να πραγματοποιεί αυτή την ανίχνευση που ήταν απαραίτητη για την συνέχιση της μελέτης. Αυτό που προέκυψε ήταν το πρώτο από τα αντιδραστήρια με το όνομα Klemm, το Klemm I. Οι δυσκολίες που εμφάνισε στην εφαρμογή του αποδείχτηκαν ανυπέρβλητες.

Ο τρόπος με τον οποίο παρασκευάζεται το διάλυμα δεν καθορίζεται πλήρως στην βιβλιογραφία και αυτό είχε ως αποτέλεσμα αρκετές πειραματικές ώρες να χρειαστούν για να εξαχθούν τα πρώτα αξιόλογα αποτελέσματα. Οι αναλογίες που καθορίζονται για την παρασκευή του διαλύματος βάσης είναι αρκετά ασαφείς, καθώς προδιαγράφεται προσθήκη 1Kg άλατος σε 100 ml νερού. Το νερό θα πρέπει κατά την ανάμιξη να είναι στους 30 – 40°C. Δεν καθορίζεται όμως αν θα πρέπει και μετά, καθ' όλη τη διάρκεια της 24ωρης παραμονής του, το διάλυμα να παραμείνει στην ίδια θερμοκρασία ούτε εάν πρέπει κατά τη διάρκεια

της παραμονής του να αναδεύεται. Για να λυθεί η ασάφεια αυτή πραγματοποιήθηκαν και οι δύο μεθοδολογίες, δηλαδή η δημιουργία διαλύματος βάσης με θερμότητα και χωρίς θερμότητα κατά τη διάρκεια του 24ώρου παραμονής του διαλύματος βάσης, με το αποτέλεσμα να παραμένει περίπου το ίδιο: μετά το πέρας του 24ώρου στον πυθμένα του δοχείου υπήρχε αρκετά μεγάλη ποσότητα άλατος, το οποίο –αν και ένυδρο – δεν διαλύθηκε τελείως.

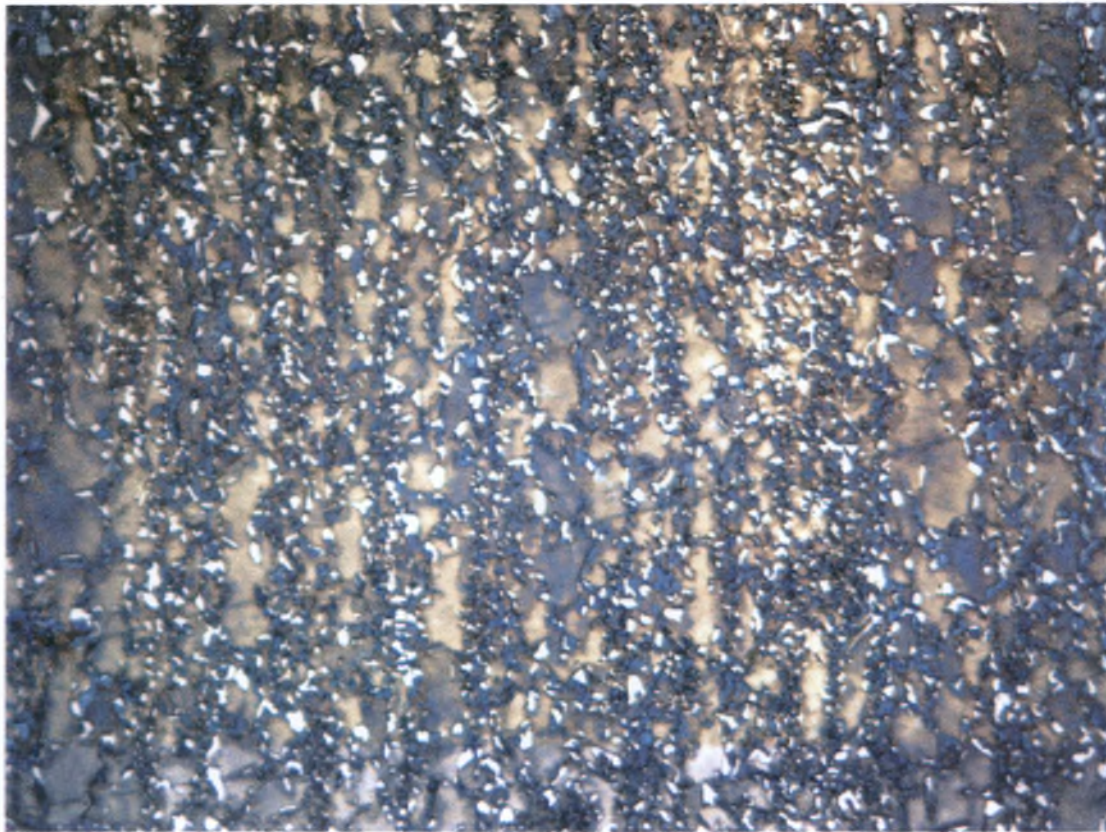
Επιλέχθηκε, βάση της απρόβλεπτης αυτής κατάστασης, να αποσπαστεί διάλυμα από την επιφάνεια για να δημιουργηθεί το τελικό διάλυμα, που ήθελε την προσθήκη 1 gr $K_2S_2O_4$ σε 100 ml διαλύματος βάσης. Έχοντας υπ’ όψιν τις δυσκολίες που παρουσιάστηκαν κατά την εφαρμογή του LePera στον χρόνο ζωής του διαλύματος, αποφασίστηκε να δημιουργηθούν 10 ml τελικού διαλύματος, με προσθήκη 0.1 gr $K_2S_2O_4$, και το τελικό διάλυμα να δημιουργείται κάθε φορά εκ νέου όταν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί.

Το επόμενο στάδιο ήθελε την εφαρμογή του αντιδραστήριου στο δοκίμιο για κάποιο χρονικό διάστημα. Το χρονικό αυτό διάστημα καθοριζόταν από τη βιβλιογραφία σε 1 – 2 min. Εφαρμόστηκε αρχικά σε ένα δοκίμιο *TRIP1* αλλά το αποτέλεσμα ήταν αρκετά ανομοιόμορφο. Σε ορισμένες περιοχές του δοκιμίου, το αντιδραστήριο είχε δράσει, αλλά το μεγαλύτερο κομμάτι της επιφάνειάς του είχε μείνει ανέπαφο. Δοκιμάστηκε να συνεχιστεί η προσβολή για ένα επιπλέον χρονικό διάστημα, διότι υπήρχε το ενδεχόμενο να μην είχε γίνει σωστή επιλογή του χρόνου. Το αποτέλεσμα ήταν οι περιοχές του δοκιμίου που είχαν επηρεαστεί να μαυρίσουν και να «καούν», αλλά το μεγαλύτερο μέρος της επιφάνειας να παραμείνει και πάλι ανέπαφο.

Η διαδικασία επαναλήφθηκε αλλά και πάλι το αποτέλεσμα ήταν το ίδιο. Λίγο καλύτερα αποτελέσματα εξήχθησαν όταν η χημική προσβολή έγινε με το αντιδραστήριο να βρίσκεται σε θερμοκρασία περίπου 40 °C, όπου ένα μεγαλύτερο μέρος του δοκιμίου φάνηκε να επηρεάζεται από το αντιδραστήριο. Το ενθαρρυντικό ήταν ότι όσο οι χρόνοι της χημικής προσβολής ήταν κοντά στο ένα λεπτό, η επιφάνεια του δοκιμίου χρωματιζόταν ‘βιολετί’ όπως προέβλεπε η βιβλιογραφία. Η οπτική μικροσκοπία που έγινε στα κομμάτια που είχαν επηρεαστεί από το αντιδραστήριο έδωσε αρκετά ενδιαφέροντα αποτελέσματα.

Στην **Εικόνα 4.6** ξεχωρίζουν σαφώς οι κόκκοι του φερρίτη, οι οποίοι από το μέγεθος μπορούν να διακριθούν και μόνο. Οπότε μπορεί να αποδοθεί το καφέ χρώμα σαφώς στον φερρίτη. Επίσης, οι μεγάλοι κόκκοι που διακρίνονται με καφέ – μοβ χρώμα δεν μπορεί να είναι κάτι άλλο από φερρίτη. Υπάρχουν αρκετά διάσπαρτα σωματίδια τα οποία φέρουν μαύρη απόχρωση και είναι καθαρά μπαινίτης. Τα λευκά σωματίδια προδιαγράφονται από την βιβλιογραφία και είναι ο παραμένων

ωστενίτης. Το ερωτηματικό σ' αυτή τη φωτογραφία είναι τα γκρι – μπλε σωματίδια.



Εικόνα 4.6 Μεταλλογραφία δοκιμίου από τον χάλυβα *TRIP1*, που έχει υποστεί μαινιτικό μετασχηματισμό στους 400 °C για 200 sec και παραμορφώθηκε κατά την δοκιμή εφελκυσμού κατά 20%, μετά από προσβολή με *Klemm I* για 60 sec και σε μεγέθυνση 1000x.



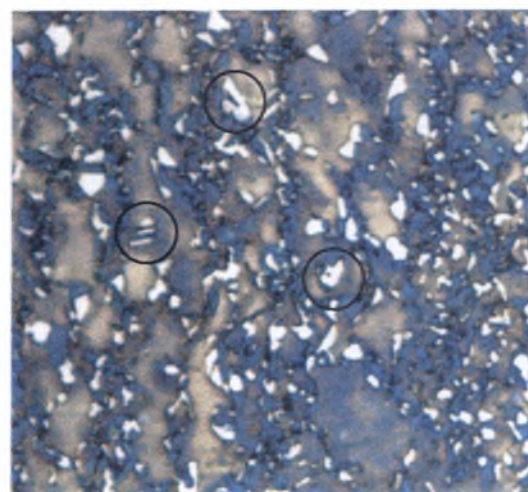
Στη λεπτομέρεια της παραπάνω εικόνας που παρουσιάζεται παρακάτω ως **Εικόνα 4.7** διακρίνεται σαφώς πως τα γκριζα σωματίδια είναι σαν συνέχεια των λευκών, φαίνεται δηλαδή ότι τα λευκά με τα γκρι σωματίδια συνυπάρχουν σαν μέλη του ίδιου κόκκου. Αυτό οδηγεί στο συμπέρασμα πως τα γκρι σωματίδια ήταν ωστενίτης και έχει μετασχηματιστεί, με τρόπο ώστε ο αρχικός κόκκος του ωστενίτη να μετασχηματίστηκε μερικώς και το υπόλοιπο κομμάτι του να υφίσταται σαν παραμένων ωστενίτης.

Από το ποσοστό που καταλαμβάνει η γκριζα φάση στο δοκίμιο, μπορεί να αποκλειστεί το ενδεχόμενο να είναι μόνο μαρτενσίτης που προήρθε από το αρχικό ποσοστό του παραμένοντα ωστενίτη, μιας και συνολικά μαρτενσίτης και παραμένων ωστενίτης καταλαμβάνουν περίπου το 10 – 15%. Μπορεί να υποθεθεί ωστόσο ότι είναι μαινιτίτης, κρίνοντας και πάλι βάση των ποσοστών, αφού τα μαύρα σωματίδια δεν

αρκούν για να συμπληρώσουν το ποσοστό του μπαινίτη που υπάρχει στο μείγμα. Η τελευταία υπόθεση που μπορεί να γίνει, και η οποία είναι αρκετά ενδιαφέρουσα, είναι να εμφανίζεται με το γκρίζο χρώμα και μπαινίτης και μαρτενσίτης.

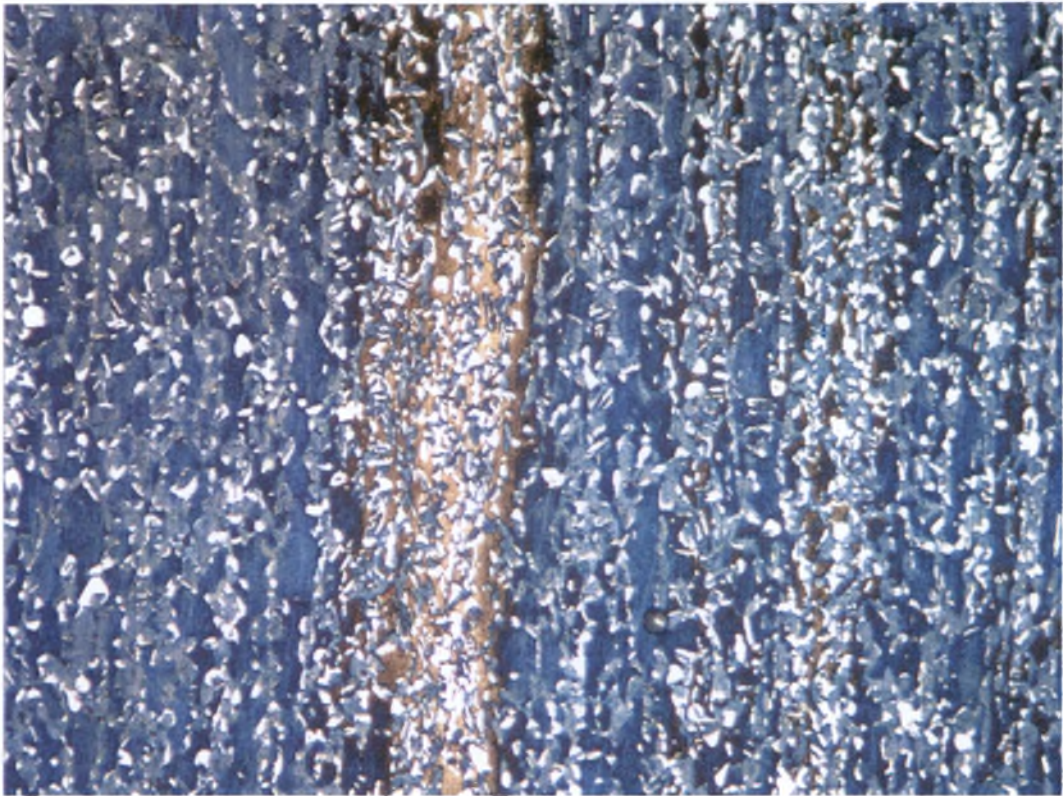
Το βέβαιο, πάντως, είναι πως με τις φωτογραφίες αυτές και στην μεγέθυνση αυτή – που σημειωτέον είναι και η μεγαλύτερη του οπτικού μικροσκοπίου – δεν μπορεί να υπάρξει βεβαιότητα για το ποιο ενδεχόμενο είναι και το σωστό.

Εικόνα 4.7 Λεπτομέρεια
της Εικόνας 4.7



Μία ακόμα φωτογραφία που μπορεί να παρουσιαστεί σ' αυτό το σημείο και η οποία είναι επίσης αντιπροσωπευτική των μεταλλογραφιών των χαλύβων TRIP με το Klemm I είναι η **Εικόνα 4.8**, όπου με μπλε τώρα χρώμα φαίνονται οι κόκκοι του φερρίτη, με άσπρο ο παραμένων ωστενίτης και με γκρίζο ο μπαινίτης. Η ζώνη στο κέντρο της εικόνας κάθετα στη φωτογραφία είναι αποτέλεσμα της έλασης, το γνωστό φαινόμενο που αποκαλείται *banding* και το καφέ χρώμα που διακρίνει τους κόκκους του φερρίτη προέρχεται πιθανότατα από την μεγαλύτερη συγκέντρωση του μαγγανίου στη ζώνη αυτή.

Ως γνωστόν, το μαγγάνιο είναι σταθεροποιητής του ωστενίτη (austenite stabilizer). Αυτό έχει ως αποτέλεσμα, κατά την θερμική επεξεργασία του χάλυβα, τα σωματίδια του ωστενίτη που βρίσκονται κοντά στη ζώνη αυτή να μην μετασχηματίζονται σε μπαινίτη εύκολα και εν τέλει να παρατηρείται μεγαλύτερη συγκέντρωση σωματιδίων παραμένοντα ωστενίτη εντός της ζώνης από ότι στο υπόλοιπο δοκίμιο.



Εικόνα 4.8 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα *TRIP2* μετά από προσβολή με *Klemm I* για 2 min και σε μεγέθυνση 1000x.

Τέλος, οι **Εικόνες 4.9, 4.10**, ανήκουν σε έναν άλλο χάλυβα TRIP, τον TRIP 800 όπου είναι εμφανές ότι το ποσοστό του παραμένοντα ωστενίτη είναι σχεδόν το διπλάσιο από ότι στους χάλυβες TRIP1 και TRIP2. Η **Εικόνα 4.9** είναι σε μεγέθυνση 500x ενώ η **Εικόνα 4.10** σε 1000x.



Εικόνα 4.9 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα *TRIP800* μετά από προσβολή με *Klemm I* για 1 min και σε μεγέθυνση 500x.

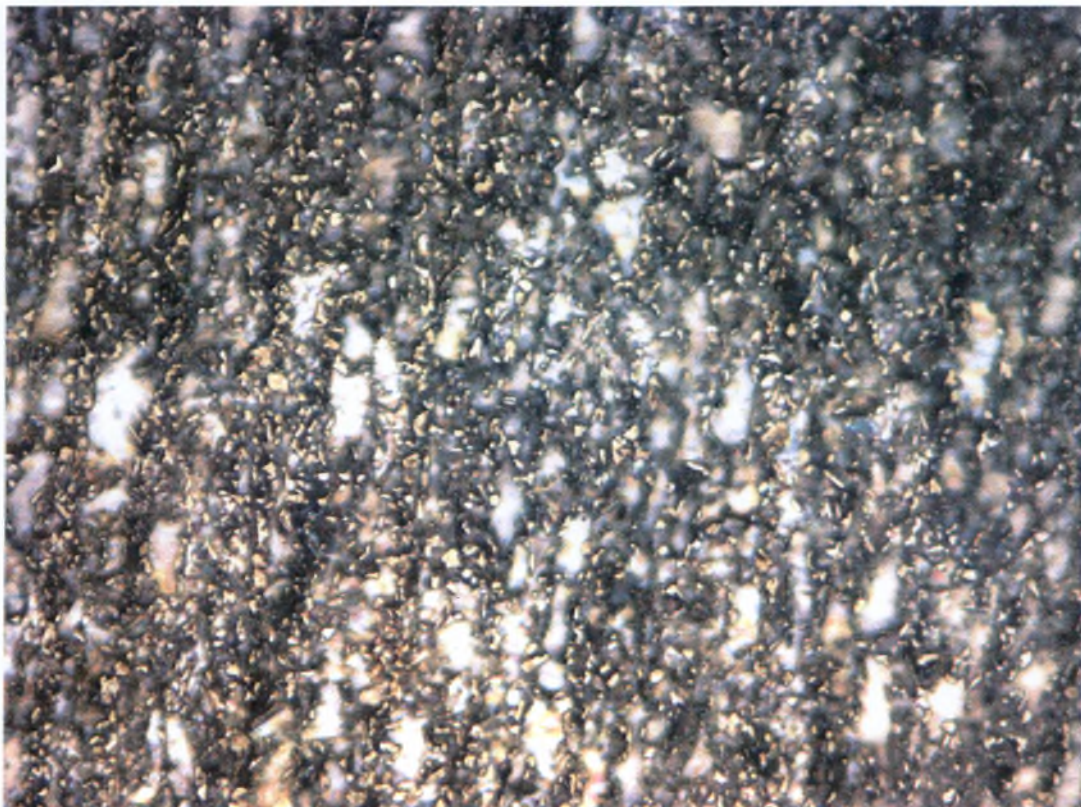


Εικόνα 4.10 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα *TRIP800* μετά από προσβολή με *Klemm I* για 1 min και σε μεγέθυνση 1000x.

4.1.4 Beraha

Παράλληλα με το *Klemm I* δοκιμάστηκε και το *Beraha I* λόγω των ομοιοτήτων τους. Η **Εικόνα 4.11** είναι και πάλι από δοκίμιο του χάλυβα TRIP1 που έχει προσβληθεί χημικά από το Beraha I. Στην εικόνα αυτή διακρίνεται καθαρά η επίδραση του HCl στην επιφάνεια του δοκιμίου, καθώς αυτό εμφανίζει δύο επίπεδα εστίασης. Στο ένα επίπεδο έχει παραμείνει ο ωστενίτης και ο μαρτενσίτης, οι οποίοι μάλλον δεν επηρεάστηκαν από την δράση του HCl και του HF που έχει σχηματιστεί στο διάλυμα, και στο άλλο επίπεδο βρίσκονται οι υπόλοιπες φάσεις, δηλαδή φερρίτης, και μπαινίτης.

Η δημιουργία αυτών των επιπέδων όμως, που οφείλεται όπως αναφέρεται και παραπάνω στην χρήση ισχυρών οξέων, δεν βοηθά στην εξακρίβωση των φάσεων, καθώς η εστίαση πρέπει να γίνει είτε στο ένα επίπεδο είτε στο άλλο και τα συμπεράσματα που βγαίνουν είναι αρκετά φτωχά. Θα πρέπει να αναφερθεί βέβαια πως η έρευνα του Beraha I δεν έγινε με την λεπτομέρεια των *Klemm* και *LePera*, και αυτό σημαίνει πως η παρακάτω φωτογραφία σίγουρα δεν είναι αντιπροσωπευτική των δυνατοτήτων του διαλύματος.



Εικόνα 4.11 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα TRIP1 μετά από προσβολή με *Beraha I* για 90 sec και σε μεγέθυνση 1000x.

4.1.5 Modified LePera

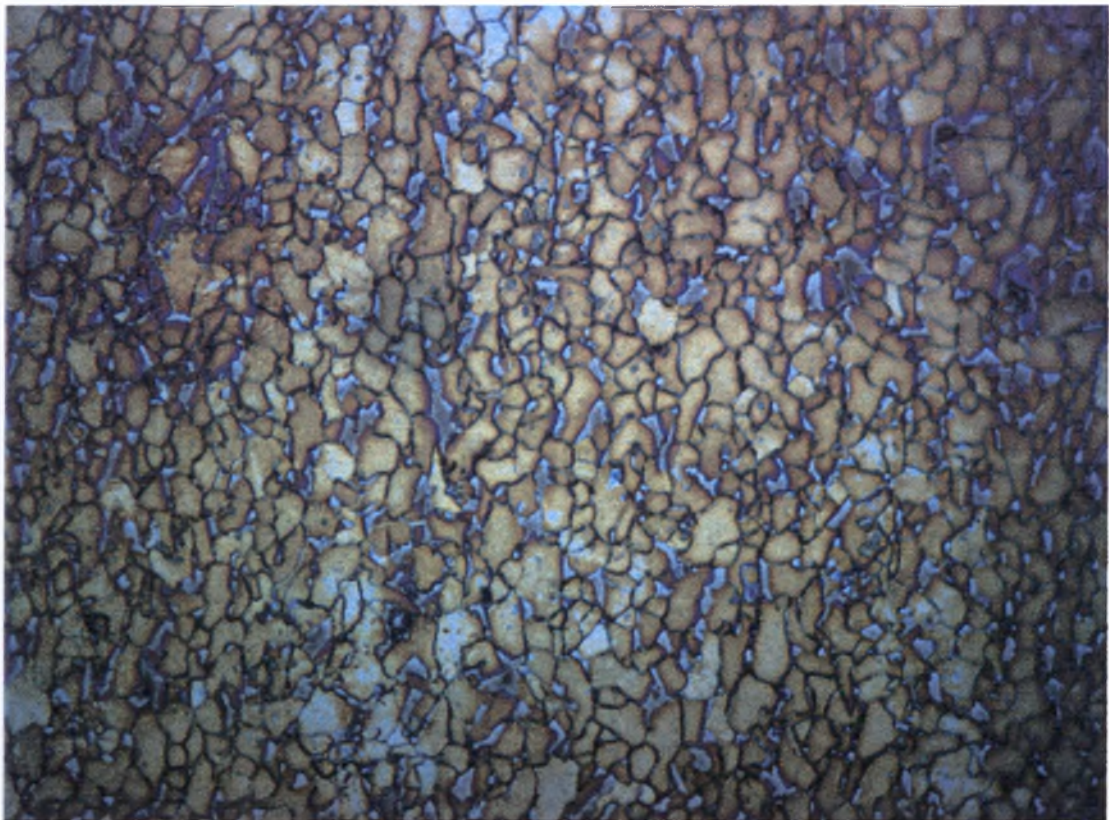
Η φωτογραφία που υπάρχει παρακάτω και παρουσιάζεται ως **Εικόνα 4.12**, είναι από χάλυβα TRIP1 που προσβλήθηκε χημικά από το *LePera* στην τροποποιημένη του μορφή. Όπως και στο *Beraha*, φαίνεται καθαρά η επίδραση του HCl στην επιφάνεια του δοκιμίου, με τον σχηματισμό δύο επιπέδων εστίασης, αυτό των ωστενίτη – μαρτενσίτη και αυτό των φερρίτη – μπαινίτη. Για λόγο αυτό, το χημικό αυτό αντιδραστήριο δεν χρησιμοποιήθηκε σε μεγαλύτερη έκταση, απλά χρησιμοποιήθηκε χωρίς την προσθήκη του HCl για να δώσει καλύτερα μεν αποτελέσματα, όχι όμως συναγωνιστικά προς τα αντιδραστήρια *LePera* και *Klemm I*.



Εικόνα 4.12 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα *TRIP1* μετά από προσβολή με *Modified LePera* για 20 sec και σε μεγέθυνση 1000x.

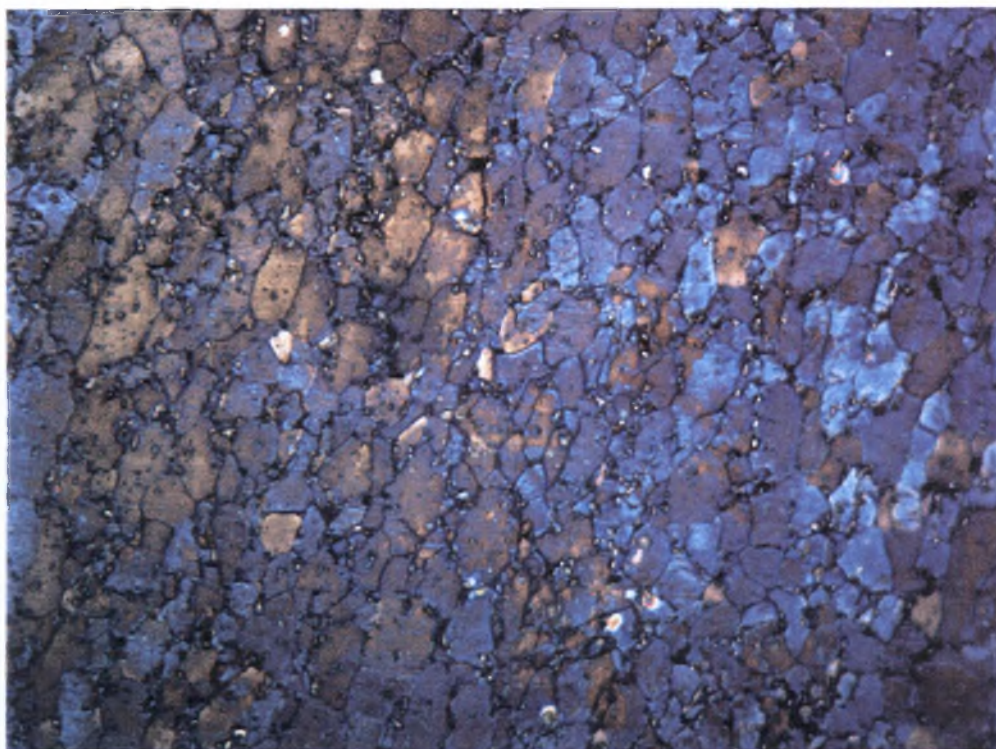
4.2 Μεταλλογραφία χαλύβων διπλής φάσης

Για την μεταλλογραφία των χαλύβων διπλής φάσης χρησιμοποιήθηκε κυρίως το χημικό αντιδραστήριο LePera. Εφαρμόστηκε σε δύο κατηγορίες χαλύβων, τους DP500 και DP600. Μάλιστα, ο χάλυβας DP500 υπήρχε και σε δύο καταστάσεις, η πρώτη μετά από την έλαση εν ψυχρώ και η δεύτερη μετά από συνεχή ανόπτηση στους 800 °C. Η **Εικόνα 4.13** δείχνει τον χάλυβα DP600 μετά από έλαση εν θερμώ, η **Εικόνα 4.14** δείχνει τον χάλυβα DP500 μετά από έλαση εν ψυχρώ και η **Εικόνα 4.15** δείχνει τον χάλυβα DP600 μετά από έλαση εν ψυχρώ και συνεχή ανόπτηση στους 800 °C.



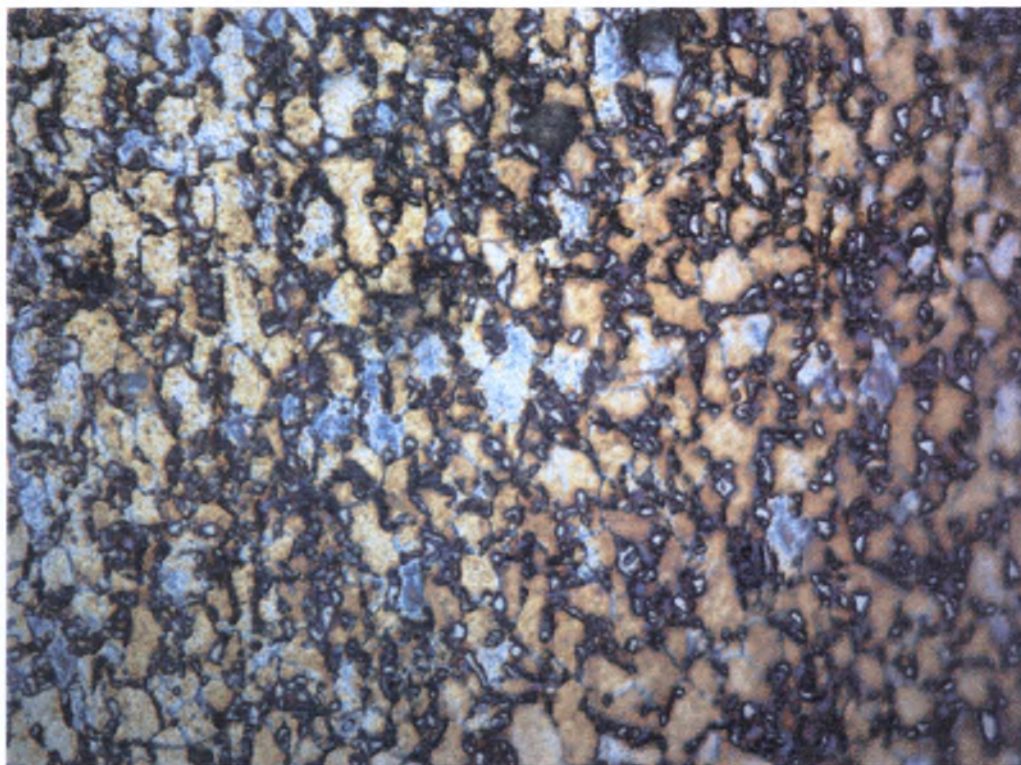
Εικόνα 4.13 Μεταλλογραφία δοκιμίου του χάλυβα DP600 μετά από προσβολή με *LePera* για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x.

Η διαφορά της πρώτης από τις άλλες δύο είναι μάλλον ο σχηματισμός μεγαλύτερων κόκκων μαρτενσίτη κατά την έλαση εν θερμώ. Ο μαρτενσίτης απεικονίζεται με τα άσπρα σωματίδια, ο φερρίτης με τα καφέ – μπλε, ενώ τα μαύρα σωματίδια είναι καρβίδια που έχουν καθιζάνει μέσα στο δοκίμιο.



Εικόνα 4.14 Μεταλλογραφία χάλυβα τη κατηγορίας DP500 μετά από προσβολή με *LePera* για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x.

Κάτι που αξίζει επίσης να παρατηρηθεί μεταξύ των δύο εικόνων, 4.13 και 4.14, είναι ότι τα σωματίδια του μαρτενσίτη στον DP600 φαίνονται πιο σκούρα, γκρι, το οποίο είναι αποτέλεσμα της καθίζησης καρβιδίων και μέσα στον μαρτενσίτη.



Εικόνα 4.15 Μεταλλογραφία χάλυβα διπλής φάσης της κατηγορίας DP500 μετά από προσβολή με *LePera* για 15 sec και σε μεγέθυνση 1000x. Το δοκίμιο έχει υποστεί ανόπτηση

Το ίδιο φαίνεται και να συμβαίνει και στο δοκίμιο του DP500 που έχει υποστεί ανόπτηση. Τα σωματίδια του μαρτενσίτη, αν και πιο μικρά σε μέγεθος από αυτά του DP600, φαίνονται πιο γκρι. Σ' αυτή την περίπτωση όμως, μπορεί να γίνει σύγκριση μεταξύ και των φωτογραφιών 4.14 και 4.15, όπου φαίνεται να έχουν καθιζάνει και καρβίδια και έξω από τον μαρτενσίτη, με τα έντονα μαύρα σωματίδια να περιβάλλουν τους κόκκους του φερρίτη. Από τις έρευνες του τμήματος R&D της γαλλικής χαλυβουργίας Arcelor που αναφέρονται στο κεφάλαιο 3 τα σωματίδια αυτά να είναι μάλλον σεμεντίτης.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5.

ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ – ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ

Στα πλαίσια της διπλωματικής αυτής εργασίας έγιναν πάρα πολλές μεταλλογραφίες και χρησιμοποιήθηκαν πολλά χημικά αντιδραστήρια, άλλα πιο εύχρηστα και άλλα πιο πολύπλοκα στη χρήση τους. Κυρίως, χρησιμοποιήθηκαν τα αντιδραστήρια **LePera** και **Klemm**. Ο βασικός λόγος ήταν γιατί φάνηκαν από την αρχή να δίνουν καλύτερα αποτελέσματα. Τα υπόλοιπα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν δεν στάθηκε δυνατό να απεικονίσουν την μικροδομή των χαλύβων στους οποίους εφαρμόστηκαν.

5.1 Nital

Το **Nital** χρησιμοποιήθηκε εξ αρχής γιατί είναι το πιο εύχρηστο αντιδραστήριο και – αν και δεν υπήρχαν από την αρχή προσδοκίες για τα αποτελέσματα που θα έδινε – εφαρμόστηκε δοκιμαστικά σε δοκίμιο χάλυβα πλαστικότητας μετασχηματισμού. Το συμπέρασμα που εξάγεται από τα αποτελέσματα της μεταλλογραφίας των χαλύβων TRIP που παρουσιάστηκε στο **Κεφάλαιο 4** είναι πως το αντιδραστήριο αυτό δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε πολυφασικούς χάλυβες. Ο λόγος είναι σαφώς πως το **Nital** χρωματίζει την επιφάνεια του δοκιμίου μόνο με αποχρώσεις της κλίμακας του γκρι και δεν πραγματοποιεί επαρκώς τον διαχωρισμό ανάμεσα στις τρεις ή και τέσσερις φάσεις που υπάρχουν στο χάλυβα.

5.2 Beraha – Modified LePera

Τα αντιδραστήρια **Beraha** και **Modified LePera** παρουσίασαν προβλήματα κυρίως λόγω της σύστασής τους. Η παρουσία των πολύ ισχυρών οξέων που περιέχουν (υδροφθόριο και υδροχλώριο αντίστοιχα) δημιουργεί στο δοκίμιο επίπεδα ανάμεσα στις φάσεις που περιέχονται με αποτέλεσμα να είναι σχεδόν αδύνατη η αποτύπωση της μικροδομής με την μορφή φωτογραφίας. Ο λόγος είναι πως κατά την οπτική μικροσκοπία δεν είναι εύκολο να γίνει καλή εστίαση, ειδικά στις μεγάλες μεγεθύνσεις. Το συμπέρασμα που μπορεί να εξαχθεί και για τα δύο αυτά αντιδραστήρια είναι πως με τους συνδυασμούς χημικής σύστασης και χρόνων προσβολής που χρησιμοποιήθηκαν κατά την διάρκεια αυτής της μελέτης, τα αντιδραστήρια αυτά δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για πολυφασικούς χάλυβες.

5.3 LePera

Το αντιδραστήριο που πρότεινε ο **F. LePera** είναι ίσως το πιο αποτελεσματικό από όσα χρησιμοποιήθηκαν. Οι μεταλλογραφίες που έδωσε, ειδικά στους χάλυβες πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP), όπου και χρησιμοποιήθηκε κατά κόρον, για χρόνους που δεν υπερέβαιναν το 1 λεπτό χημικής προσβολής, αποδείχθηκαν σημείο αναφοράς για τις φωτογραφίες που πάρθηκαν μετά από χρήση άλλων αντιδραστηρίων. Το συμπέρασμα που εξάγεται μετά από την παρατήρηση των μεταλλογραφιών που έγιναν με το συγκεκριμένο αντιδραστήριο είναι πως το αντιδραστήριο αυτό μπορεί να διαχωρίσει επιτυχώς τον φερρίτη και τον μπαινίτη από τον παραμένοντα ωστενίτη και τον μαρτενσίτη.

Το μειονέκτημα που παρουσιάζει είναι η αδυναμία του να διαχωρίσει περαιτέρω τον παραμένοντα ωστενίτη από τον μαρτενσίτη. Ο διαχωρισμός αυτός δεν επιτεύχθηκε ούτε μετά από ανόπτηση στους 350 °C για 45 λεπτά της ώρας, όπου λογικά θα έπρεπε να καθιζάνουν καρβίδια μέσα στον μετασχηματισμένο ωστενίτη και να τον διακρίνουν από αυτόν που δεν έχει μετασχηματιστεί ακόμα, δίνοντας του ελαφρά γκρι απόχρωση.

Ένα ακόμα συμπέρασμα που εξήχθη μετά από την χρήση του **LePera** αφορά τον χρόνο ζωής του αντιδραστηρίου. Μετά από την παρασκευή των διαλυμάτων του μεταδιθειώδους νατρίου και του πικρικού οξέος ξεχωριστά, απαιτείται ανάμιξη των δύο διαλυμάτων για την χημική προσβολή. Το αντιδραστήριο που παρασκευάζεται από την ανάμιξη έχει πολύ περιορισμένο χρόνο ζωής, ενός ή δύο πρώτων λεπτών της ώρας, και μετά από τη χρήση του ή μετά το πέρας του χρονικού αυτού διαστήματος καθίσταται ανίσχυρο να δράσει στο δοκίμιο, έστω και αν αυτό εμβαπτιστεί για μεγάλο χρονικό διάστημα.

Τέλος, αναφορικά με τα χρώματα με τα οποία εμφανίζονται οι διάφορες φάσεις, αυτά κυρίως παραμένουν σταθερά, δηλαδή ο ωστενίτης – μαρτενσίτης παρουσιάζεται με άσπρο χρώμα, ο μπαινίτης με μαύρο και ο φερρίτης με καφέ – κίτρινο. Αυτό γίνεται στην περίπτωση που οι χρόνοι προσβολής κινούνται γύρω από το ιδανικό. Αν όμως ο χρόνος προσβολής υπερβεί για λίγο τα πλαίσια του ιδανικού, ο φερρίτης μπορεί να παρουσιάζεται με μπλε χρώματα, ενώ οι υπόλοιπες φάσεις να διατηρούν τις αποχρώσεις τους. Αν ο χρόνος προσβολής, όμως γίνει πολύ μεγάλος, τότε και ο ωστενίτης αποκτά αποχρώσεις του καφέ και γίνεται πλέον ο διαχωρισμός του από το φερρίτη αδύνατος.

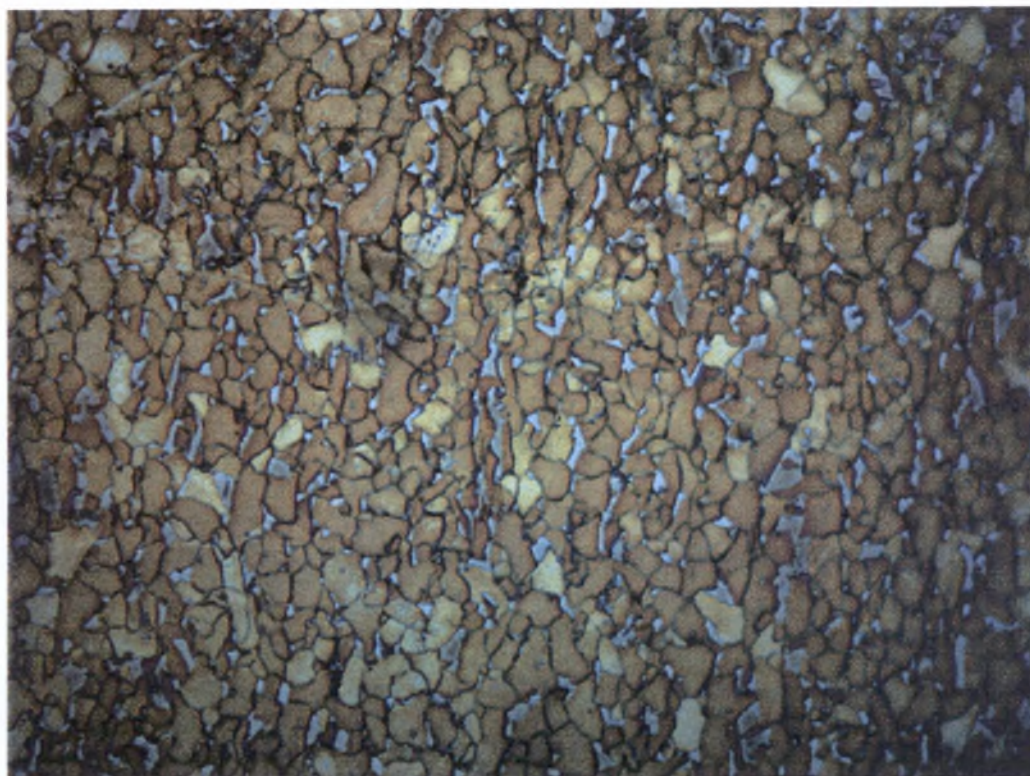
Πολλές φορές όμως, το φαινόμενο αυτό, της προσβολής δηλαδή του δοκιμίου σε διαφορετικούς βαθμούς μπορεί να εμφανιστεί στο ίδιο το δοκίμιο. Σε αυτήν την περίπτωση η χημική προσβολή γίνεται σε διαφορετικούς βαθμούς συνήθως σε ζώνες παράλληλες προς το περίγραμμα του δοκιμίου, με το δοκίμιο να είναι περισσότερο επηρεασμένο στα άκρα από ότι στο κέντρο όπως φαίνεται καθαρά στην

Εικόνα 5.1 η οποία ανήκει στον χάλυβα διπλής φάσης DP600 h.r σε μεγέθυνση 200x. Τότε μπορούν να συναντηθούν όλες οι αποχρώσεις των φάσεων που αναφέρθηκαν στην παραπάνω παράγραφο.

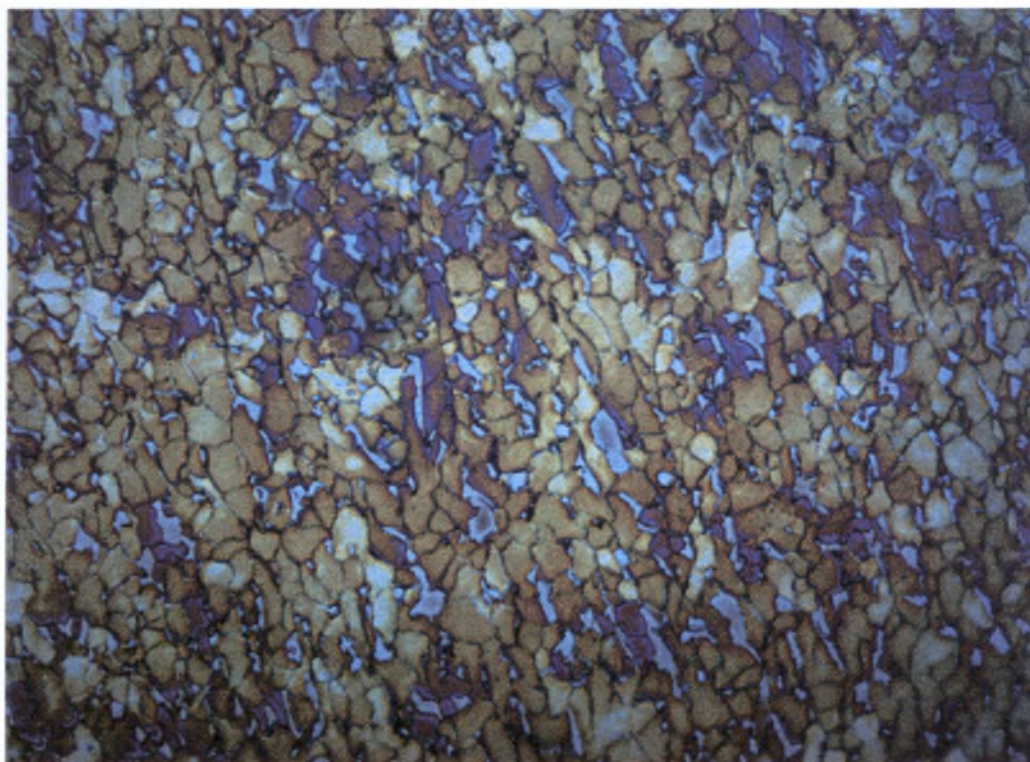


Εικόνα 5.1 Φωτογραφία του χάλυβα διπλής φάσης DP600 σε μεγέθυνση 200x μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec. Ξεχωρίζει ο διαφορετικός βαθμός προσβολής σχεδόν ακτινικά ως προς το κέντρο του δοκιμίου.

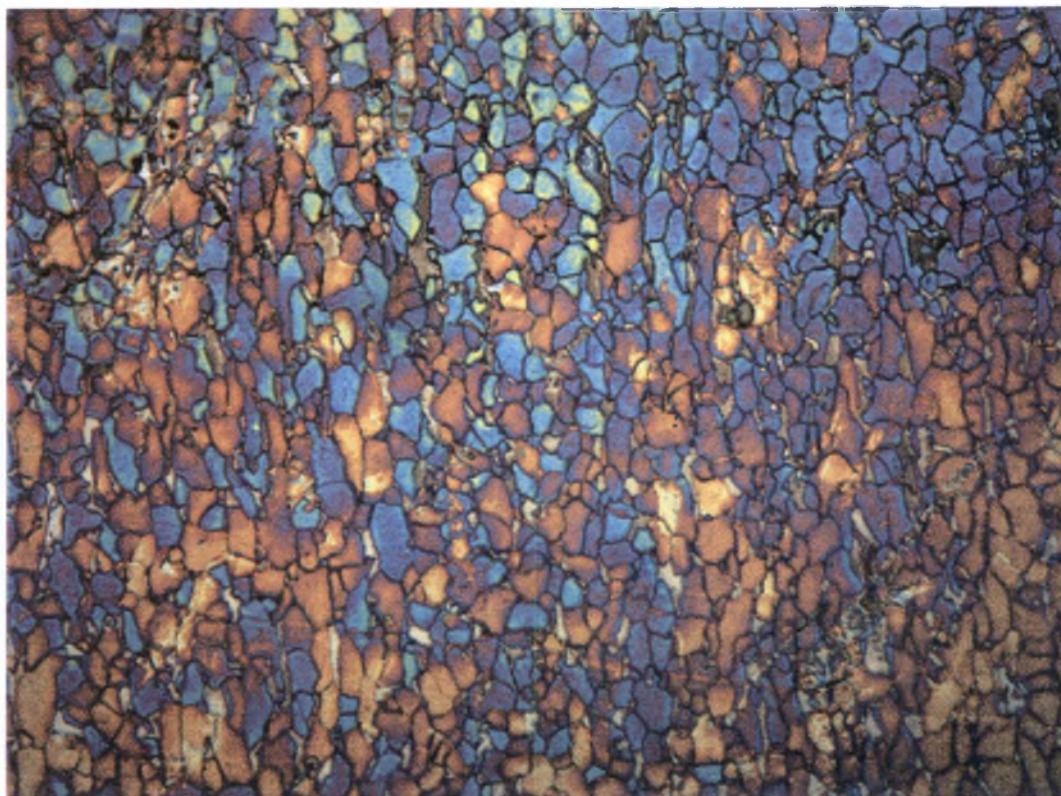
Χαρακτηριστικό παράδειγμα είναι οι τρεις φωτογραφίες που ακολουθούν και προέρχονται από τον ίδιο χάλυβα, αλλά σε μεγέθυνση 1000x, με την **Εικόνα 5.2** να είναι τραβηγμένη από το κέντρο του δοκιμίου και να παρουσιάζεται αρκετά καθαρή ως προς τα χρώματα που εμφανίζει, δηλαδή καφέ – κίτρινος φερρίτης και άσπρος μαρτενσίτης (φαίνεται μάλιστα να έχουν καθιζάνει και κάποια καρβίδια μέσα στον μαρτενσίτη, καθώς το χρώμα του δεν είναι απολύτως άσπρο). Η **Εικόνα 5.3** είναι τραβηγμένη από μια περιοχή ανάμεσα στο κέντρο και το άκρο του δοκιμίου και φαίνεται πως πολλοί κόκκοι φερρίτη έχουν αρχίσει να γίνονται μπλε – μοβ, αλλά ο μαρτενσίτης παραμένει άσπρος. Τέλος η **Εικόνα 5.4** προέρχεται από το άκρο του δοκιμίου και οι περισσότεροι κόκκοι του φερρίτη έχουν μεταχρωματιστεί και ο μαρτενσίτης ανιχνεύεται πλέον πολύ δύσκολα.



Εικόνα 5.2 Φωτογραφία από το κέντρο δοκιμίου χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec.
Φερρίτης → καφέ Μαρτενσίτης → άσπρο
Καρβίδια → μαύρα



Εικόνα 5.3 Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο αυτή την φορά όμως ενδιάμεσα από το κέντρο και το άκρο του δοκιμίου.
Φερρίτης → καφέ και μπλε Μαρτενσίτης → άσπρο



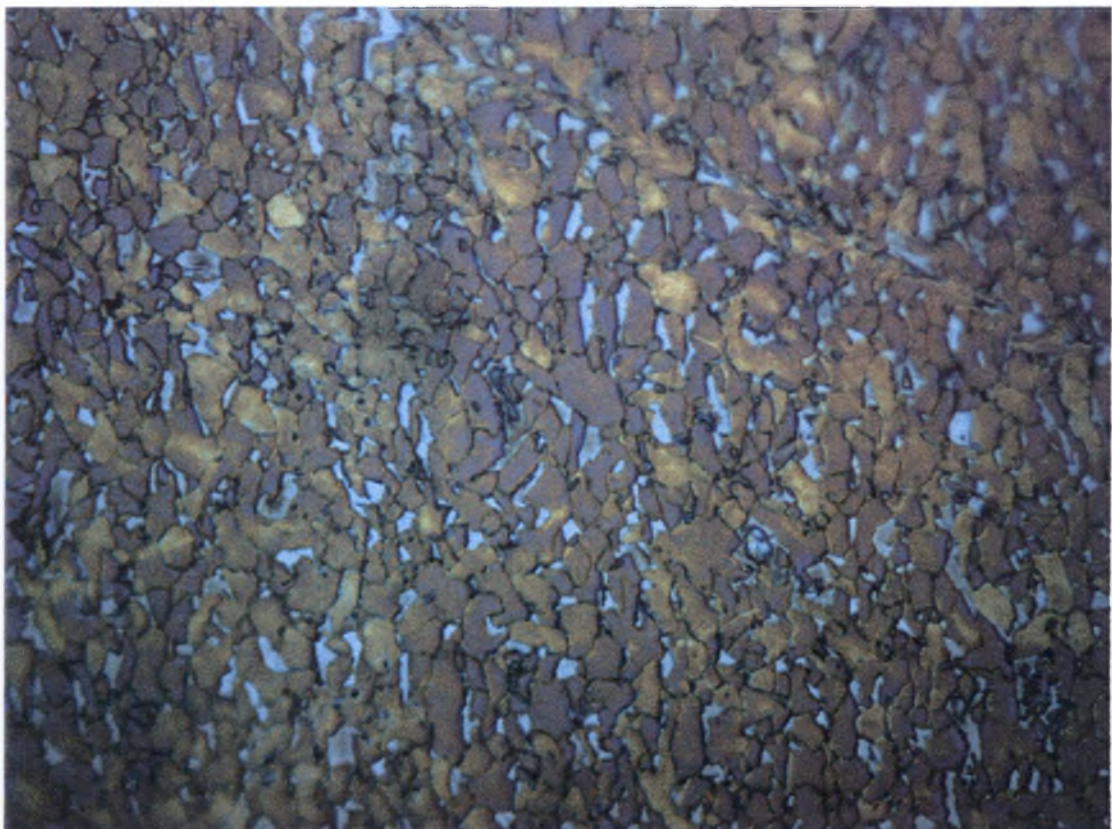
Εικόνα 5.4 Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο από το άκρο του δοκιμίου. Φερρίτης → καφέ και μπλε Μαρτενσίτης → καφέ Καρβίδια → μαύρα

5.4 Klemm I

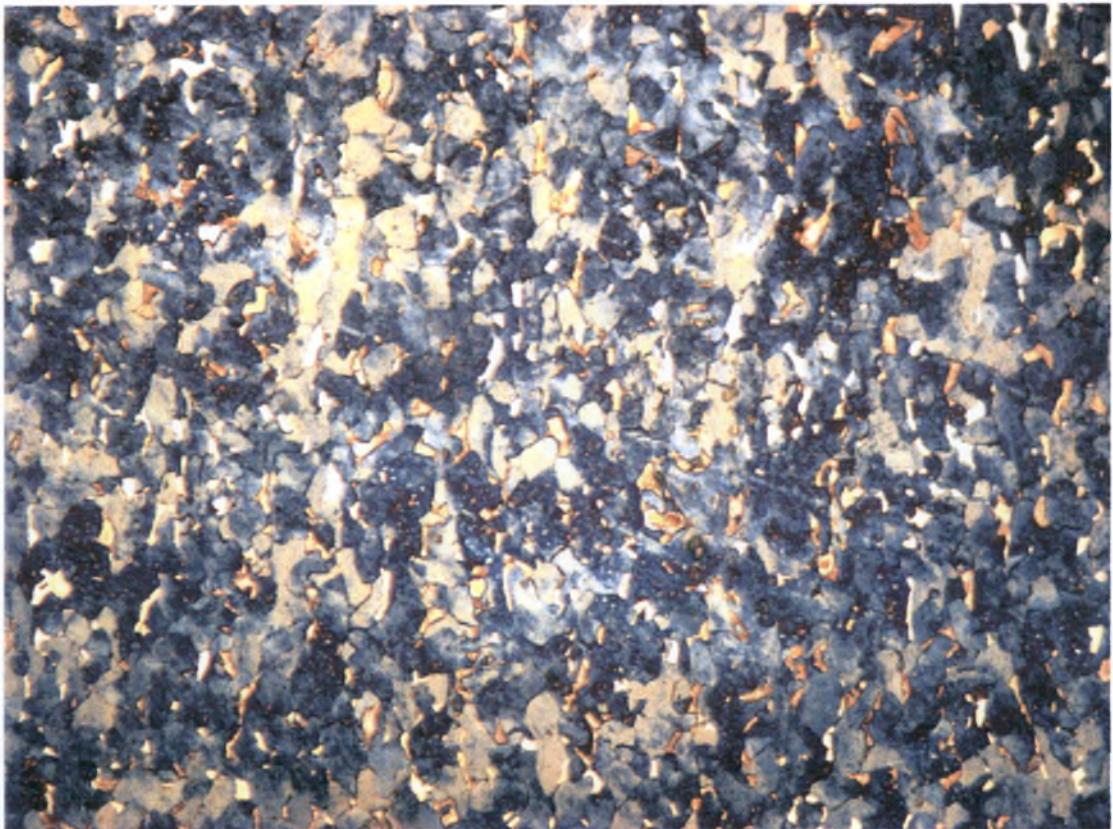
Ολοκληρώνοντας με τα συμπεράσματα από την χρήση των αντιδραστηρίων, απομένει η συζήτηση για τα αποτελέσματα που έδωσε το αντιδραστήριο **Klemm I**. Οι μεταλλογραφίες που έγιναν με το αντιδραστήριο αυτό απεδείχθησαν αρκετά σημαντικές στην παρουσίαση των μικροδομών των χαλύβων που χρησιμοποιήθηκαν, γιατί αρκετές φορές συμπλήρωνε το **LePera**, ενώ μάλιστα πολλές φορές το αντικαθιστούσε δίνοντας μεταλλογραφίες σε περιπτώσεις όπου αυτό δεν αποκάλυπτε πλήρως τη μικροδομή του δοκιμίου.

Το ελάττωμα του **Klemm I** φάνηκε να είναι η έλλειψη επαναληψιμότητας κατά την διάρκεια των χρήσεων του. Οι χρόνοι προσβολής του δεν κατέστη δυνατό να σταθεροποιηθούν και να οριστούν μέσα σε κάποια χρονικά πλαίσια. Δεν ανιχνεύθηκε επίσης ο τρόπος με τον οποίο το χημικό αντιδραστήριο επιλέγει τις περιοχές τις οποίες θα προσβάλλει και απορρίπτει το υπόλοιπο μέρος της επιφανείας του δοκιμίου. Πάντως, από τις περιοχές όπου το αντιδραστήριο είχε δράσει σωστά, τραβήχτηκαν αρκετές φωτογραφίες για να σχηματιστεί ολοκληρωμένη αντίληψη για την ποιότητα του αντιδραστηρίου.

Αυτό που, συγκριτικά με το LePera, δεν πραγματοποιεί καλύτερα το Klemm I είναι ο διαχωρισμός των ορίων των κόκκων του φερρίτη. Στις φωτογραφίες με το Klemm I ο φερρίτης φαίνεται σαν μια συνεχής μήτρα μέσα στην οποία είναι διάσπαρτα τα υπόλοιπα σωματίδια. Σύγκριση μπορεί να γίνει με τις φωτογραφίες από τον χάλυβα DP600 που τραβήχτηκαν μετά από προσβολή και με τα δύο αντιδραστήρια που παρουσιάζονται στις Εικόνα 5.5 και Εικόνα 5.6. Η πρώτη είναι μετά από χημική προσβολή με LePera και η επόμενη με την χρήση Klemm. Εύκολα διακρίνεται πως τα όρια των κόκκων είναι σαφώς πιο τονισμένα στην πρώτη εικόνα από ότι στην δεύτερη.



Εικόνα 5.5 Φωτογραφία από δοκίμιο χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με LePera για 25 sec.



Εικόνα 5.6 Φωτογραφία από το ίδιο δοκίμιο χάλυβα διπλής φάσης DP600 μετά από χημική προσβολή με Klemm I για 35 sec.

Στη σύγκριση όμως με το **LePera**, το **Klemm I** κερδίζει έδαφος όσον αφορά τυχόν χρήση της φωτογραφίας για περαιτέρω ανάλυση με κάποιο πρόγραμμα οπτικής ανάλυσης (**image analysis**) και ποσοτικοποίηση των φάσεων και δη του ωστενίτη. Αυτό θα συνέβαινε γιατί τα προγράμματα αυτά χρησιμοποιούν κλίμακα του γκρι στις φωτογραφίες που επεξεργάζονται, με αποτέλεσμα να μετατρέπουν τις εικόνες σε ασπρόμαυρες. Το μειονέκτημα του **LePera** σε αυτή την περίπτωση είναι πως, τα φωτεινά κίτρινα χρώματα που χρησιμοποιεί σε μερικές περιπτώσεις για να απεικονίσει τον φερρίτη, μπορεί να μετατραπούν κατά την αλλαγή σε άσπρο χρώμα από το πρόγραμμα, με αποτέλεσμα να συγχέεται ο φερρίτης με τον ωστενίτη, ειδικότερα στην περίπτωση των χαλύβων πλαστικότητας μετασχηματισμού (TRIP). Όπως φαίνεται και από την **Εικόνα 5.7** το αντιδραστήριο **Klemm I** χαρακτηρίζει με άσπρο μόνο τον παραμένοντα ωστενίτη, ενώ οι άλλες φάσεις έχουν πιο σκούρα χρώματα.



Εικόνα 5.7 Φωτογραφία από το δοκίμιο χάλυβα πλαστικότητας μετασχηματισμού TRIP1 μετά από χημική προσβολή με Klemm I για 60 sec.

5.5 Άλλα συμπεράσματα

Εκτός των συμπερασμάτων που αφορούν τα χημικά αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν, εξήχθησαν και συμπεράσματα για την διαδικασία με την οποία έγινε προσπάθεια να διαχωριστούν οι δύο από τις σημαντικότερες φάσεις που περιέχονται στους πολυφασικούς χάλυβες που χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διάρκεια αυτής της εργασίας.

Φάνηκε, δηλαδή, πως η οπτική μικροσκοπία αδυνατεί να δώσει σαφή αποτελέσματα για τις φάσεις αυτές, όταν αυτές περιέχονται σε χάλυβα TRIP ή σε χάλυβα DP. Η οπτική μικροσκοπία μπορεί να επιτύχει ως και 1000 φορές μεγέθυνση του δοκιμίου που εξετάζεται, αλλά ούτε αυτή δεν είναι αρκετή για να εμφανίσει σωστά τα πολύ μικρά σωματίδια του ωστενίτη και του μαρτενσίτη που σχηματίζονται κατά την θερμική κατεργασία των πολυφασικών αυτών χαλύβων.

5.6 Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα

- ❖ Περαιτέρω διερεύνηση των αντιδραστηρίων Beraha και LePera
- ❖ Χρήση του μικροσκοπίου διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων (Scanning Electron Microscope, SEM) και του μικροσκοπίου ατομικής δύναμης (Atomic Force Microscope, AFM) που ήδη υπάρχουν στο εργαστήριο των υλικών για την πραγματοποίηση του διαχωρισμού παραμένοντα ωστενίτη – μαρτενσίτη.
- ❖ Χρήση προγράμματος ανάλυσης εικόνων (image analysis) σε εικόνες προερχόμενες είτε από οπτικής μικροσκοπία είτε από τα μικροσκόπια που προαναφέρθηκαν με σκοπό τη λήψη στατιστικών αποτελεσμάτων, ποσοτικοποίηση των φάσεων και κατανομή μεγεθών.
- ❖ Συσχέτιση του μεγέθους των σωματιδίων του παραμένοντα ωστενίτη που μετασχηματίζονται σε μαρτενσίτη μέσω του φαινομένου της πλαστικότητας μετασχηματισμού, με την επιβαλλόμενη τάση κατά τη διάρκεια του μετασχηματισμού.
- ❖ Συσχέτιση της χημικής σύστασης και των θερμικών κατεργασιών των χαλύβων με τα ποσοστά παραμένοντα ωστενίτη και μαρτενσίτη και την διασπορά των σωματιδίων τους.

Παράρτημα1

Στο Παράρτημα 1 παρουσιάζονται οι περισσότερες από τις φωτογραφίες που τραβήχτηκαν από τους χάλυβες που μελετήθηκαν αλλά δεν παρουσιάστηκαν στο σώμα της διπλωματικής, είτε γιατί δεν παρουσιάζουν σημαντικά στοιχεία μελέτης, είτε γιατί είναι όμοιες με φωτογραφίες που παρουσιάστηκαν.

➤ Χάλυβες TRIP1 & TRIP2

❖ Με LePera για $\approx 30 - 45$ sec

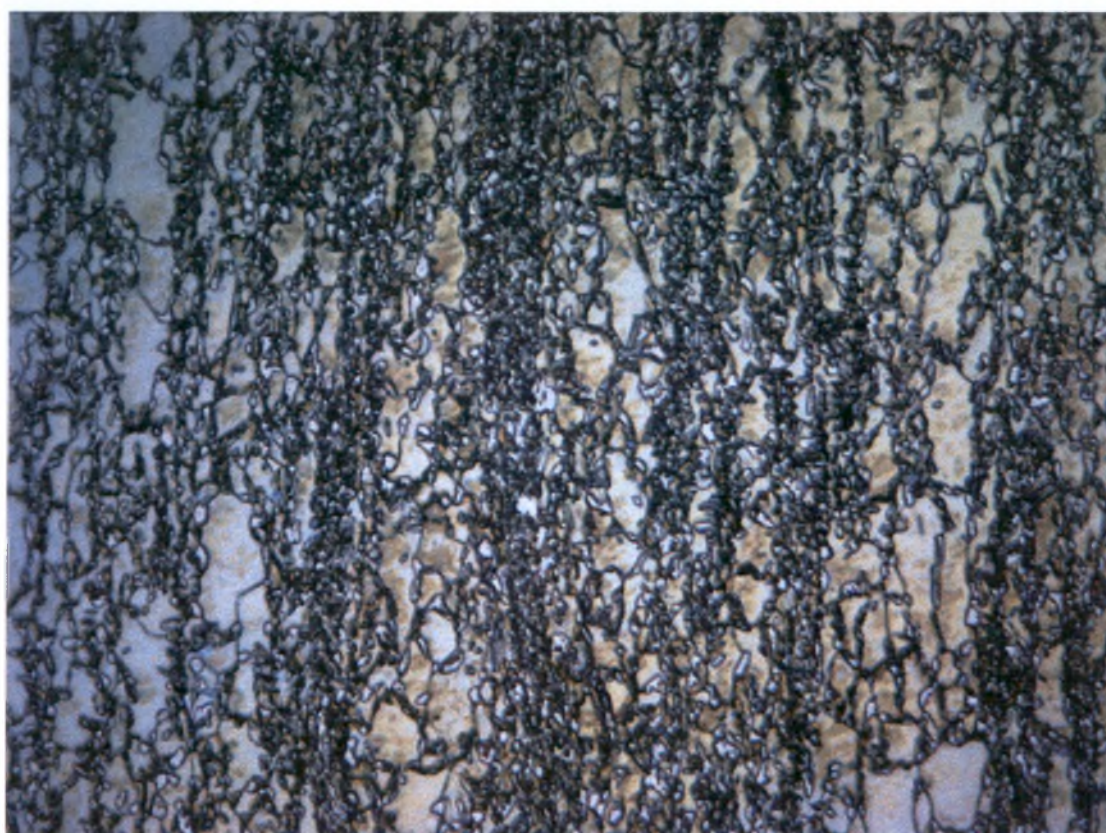
- Σε μεγέθυνση 1000x



LePera, 1000x



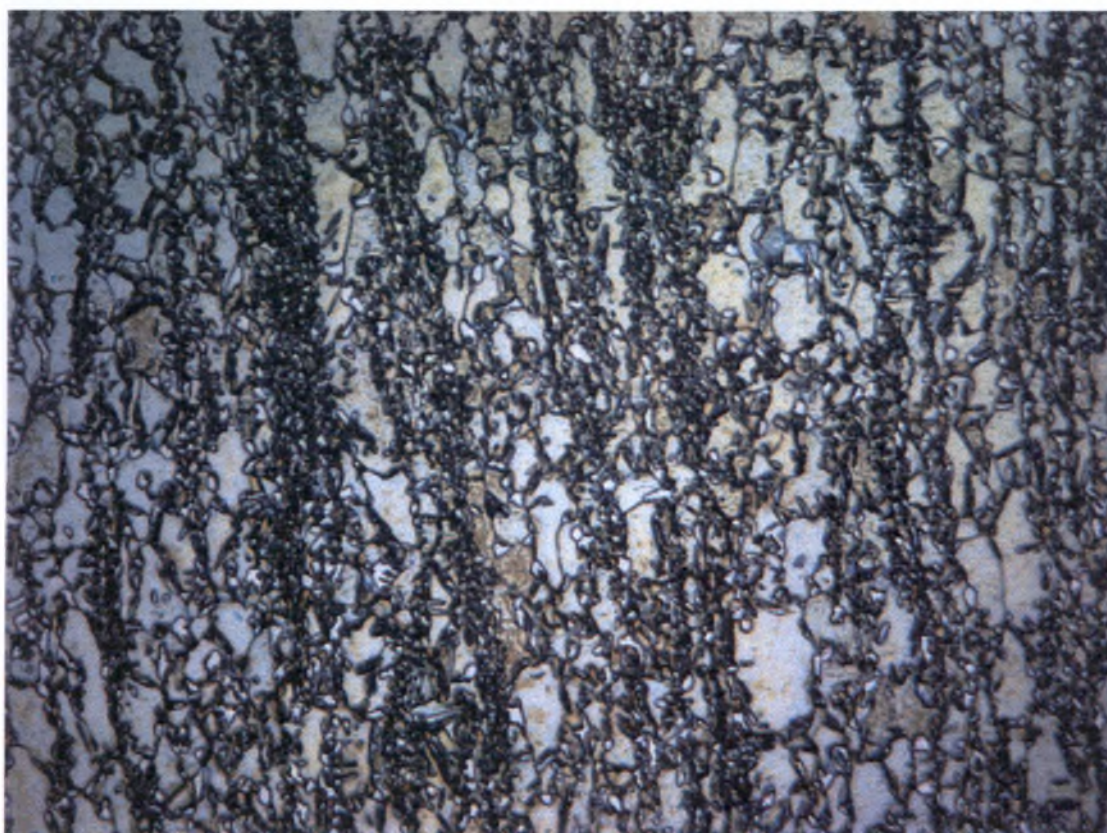
LePera, 1000x



LePera, 1000x



LePera, 1000x



LePera, 1000x

- Σε μεγέθυνση 500x



LePera, 500x



LePera, 500x

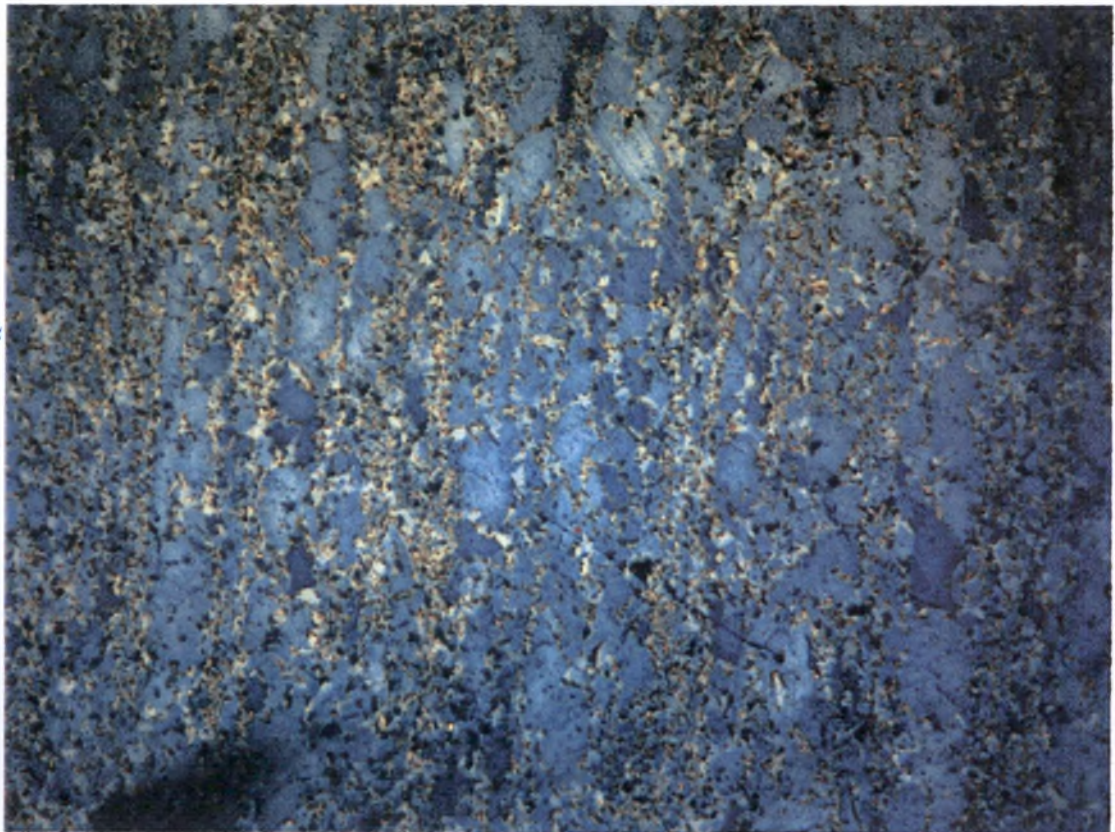


LePera, 500x



LePera, 500x

❖ Με Klemm I για $\approx 45 - 60$ sec



Klemm I, 1000x

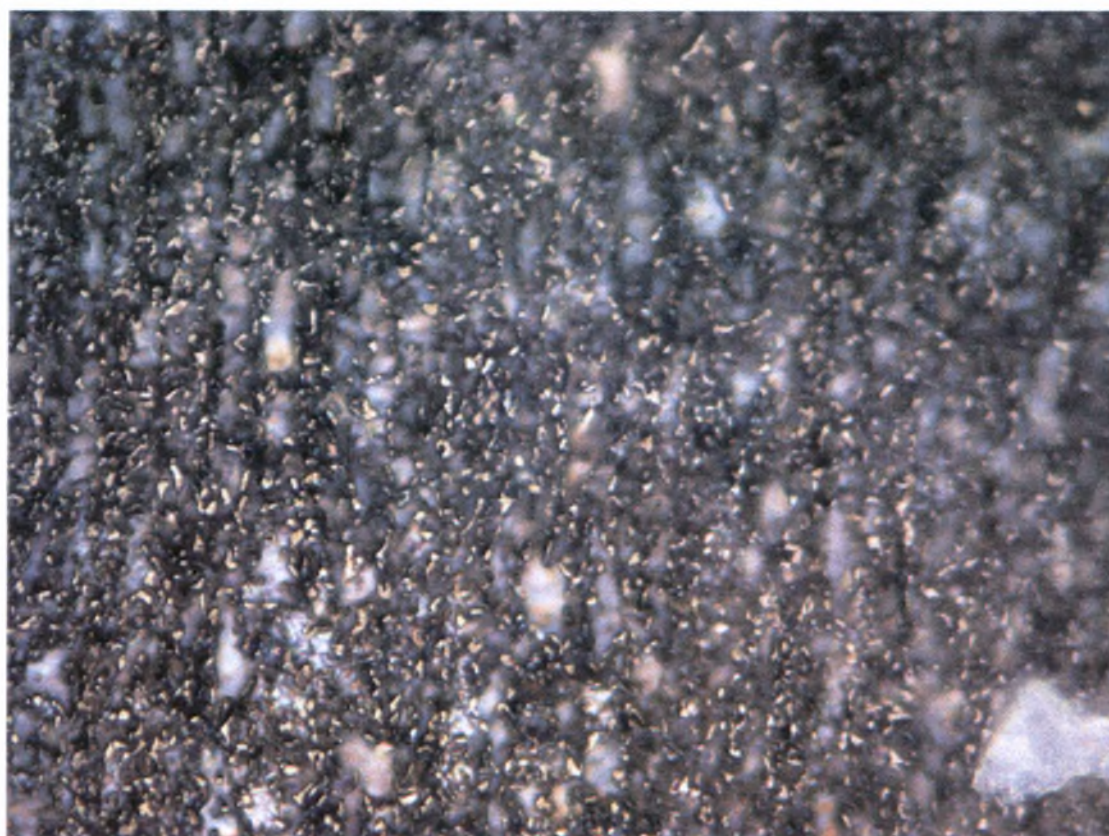


Klemm I, 1000x

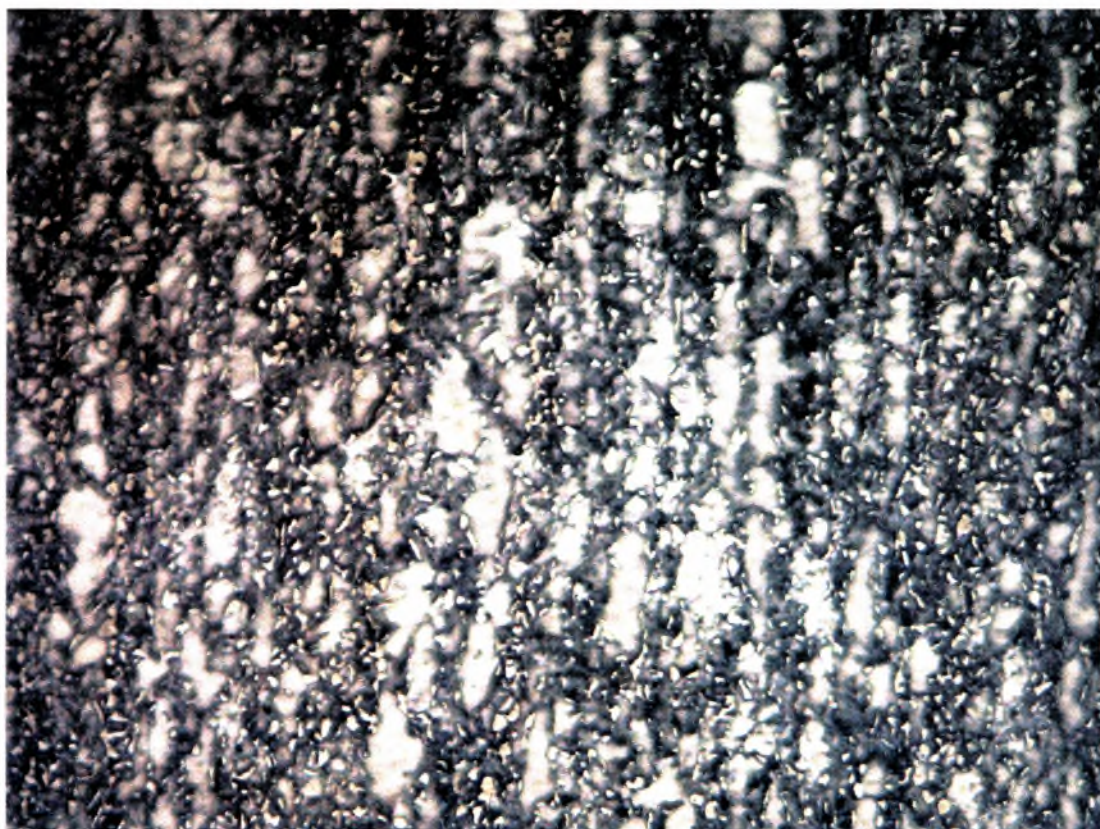


Klemm I, 1000x

❖ Με Beraha για $\approx 30 - 45$ sec



Beraha I, 1000x



Beraha I, 1000x

- **TRIP 700**
- ❖ **Full hard**



LePera, 1000x

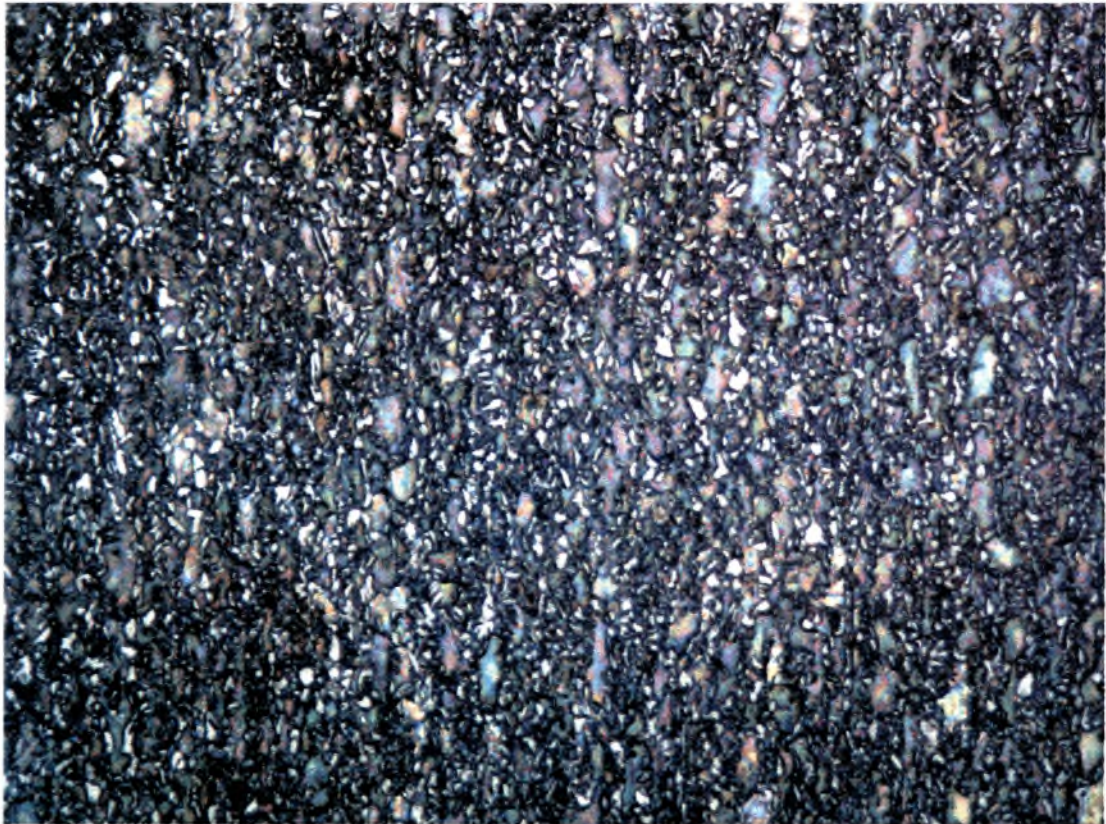


LePera, 1000x



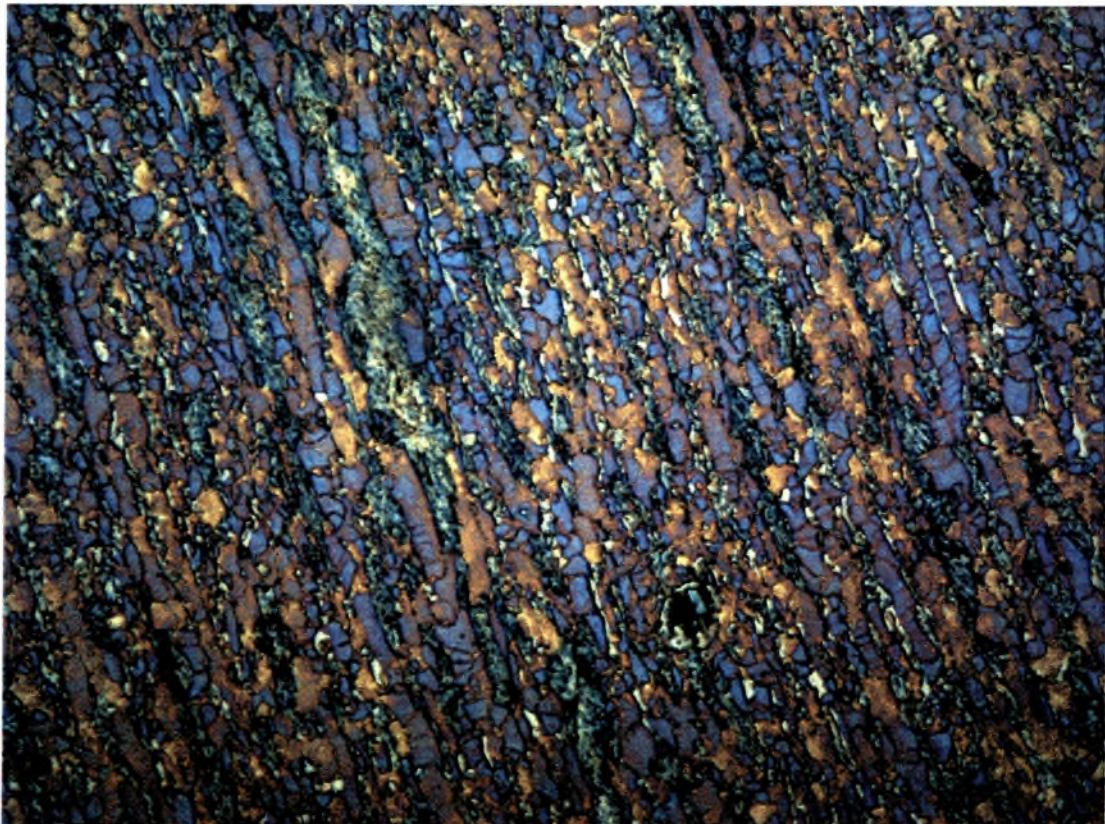
LePera, 500x

❖ **Cold rolled**

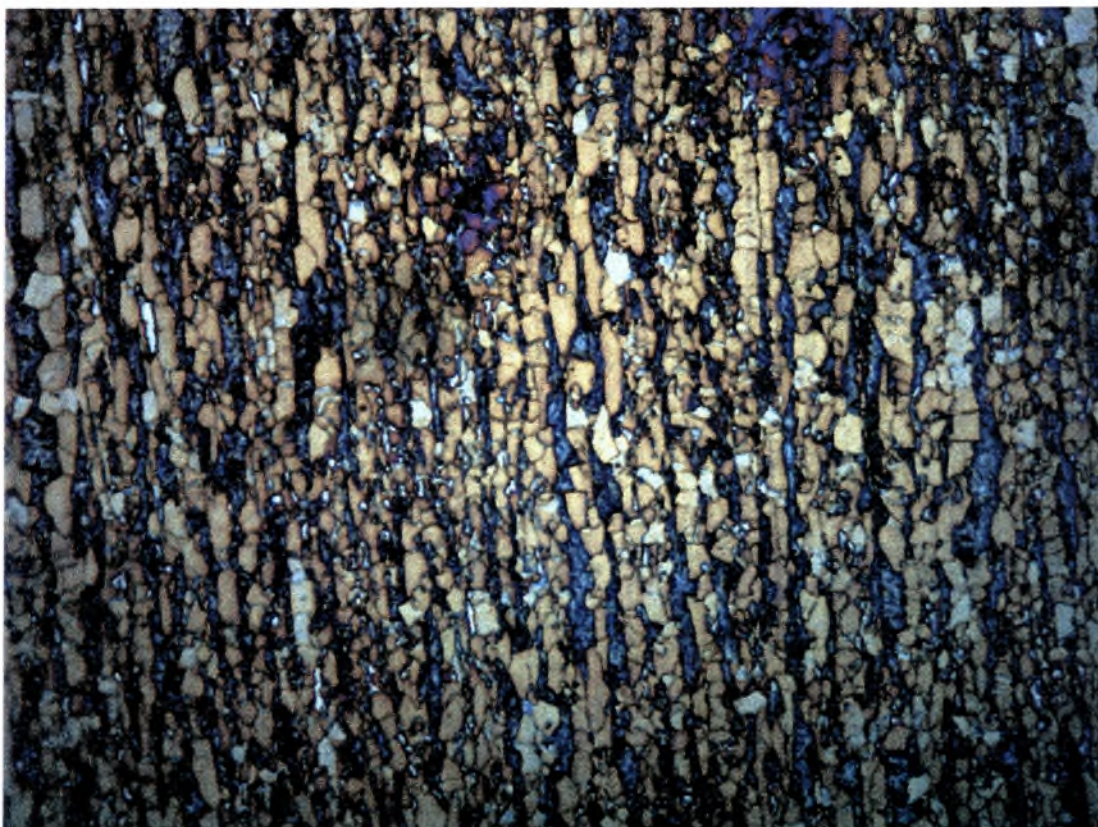


LePera, 1000x

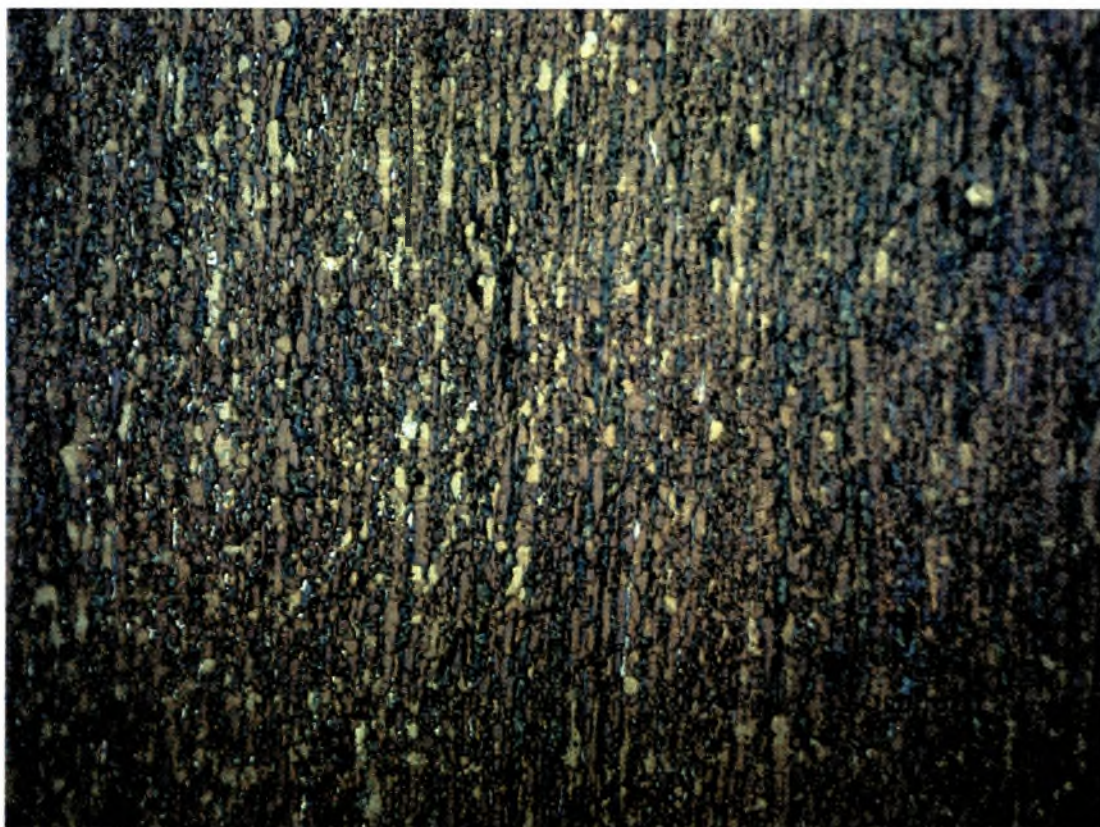
❖ **Hot rolled**



LePera, 1000x

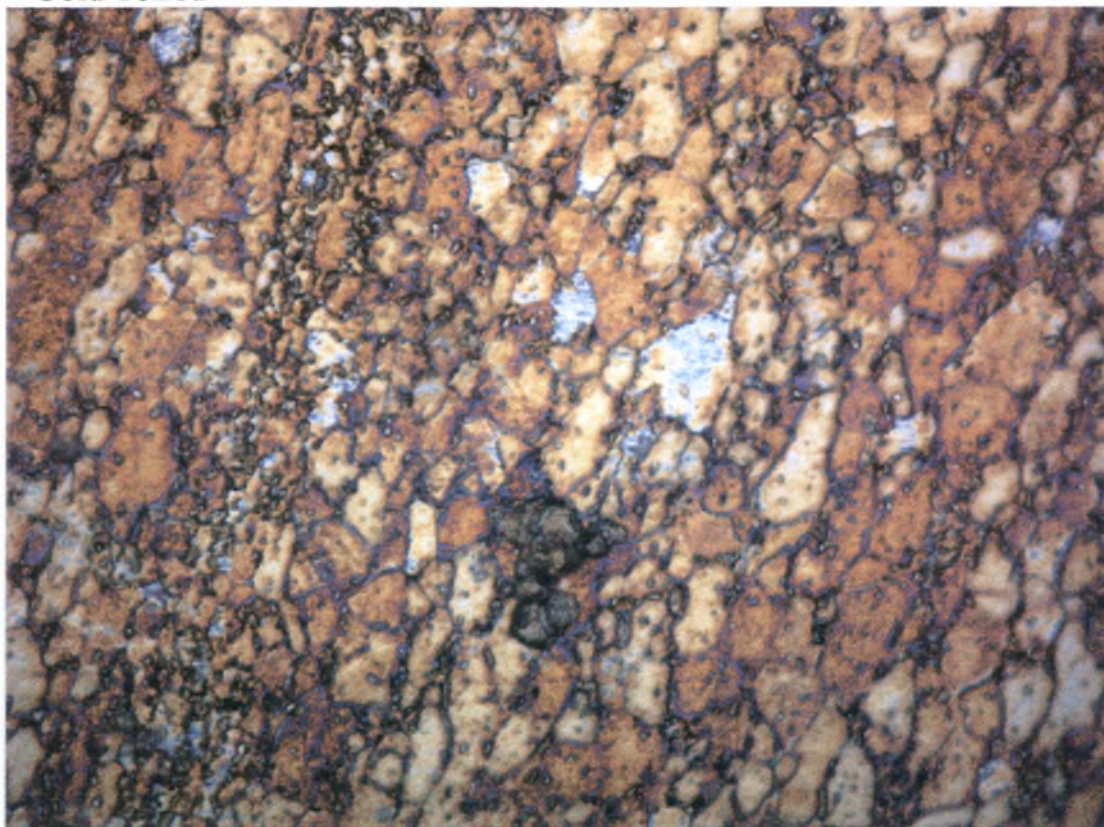


LePera, 1000x

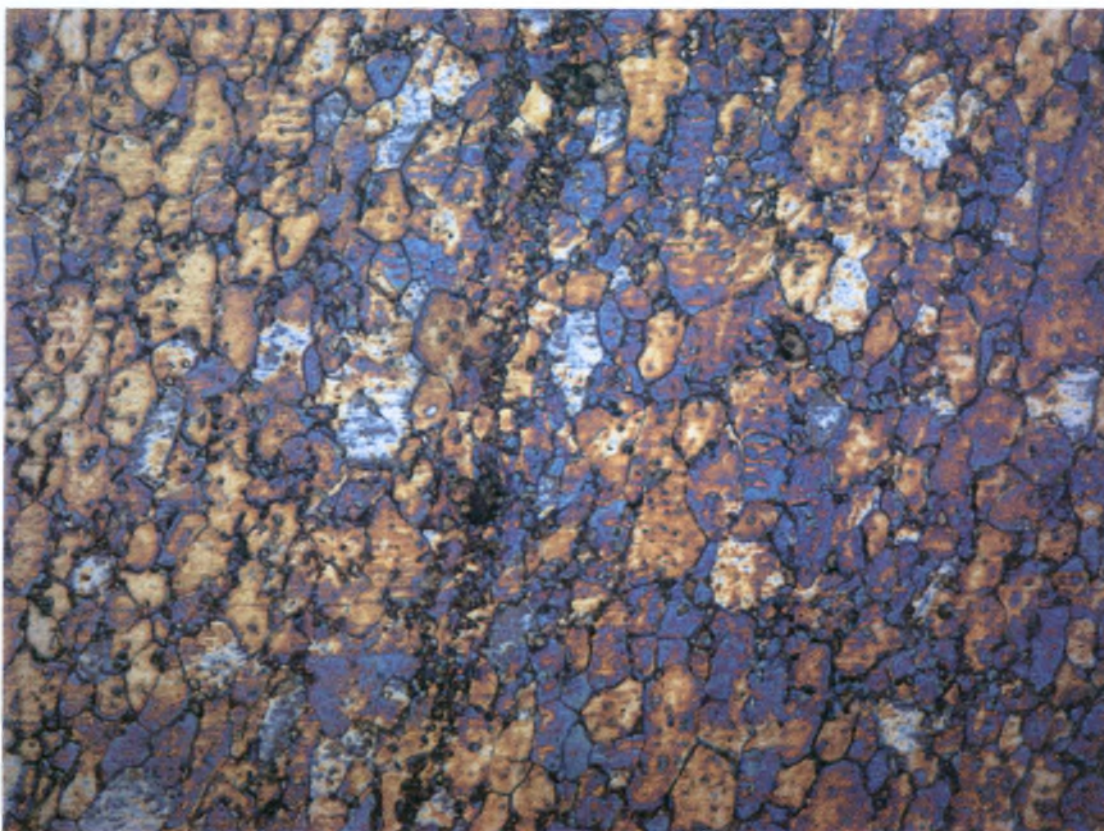


LePera, 500x

➤ **DP500**
❖ **Cold rolled**

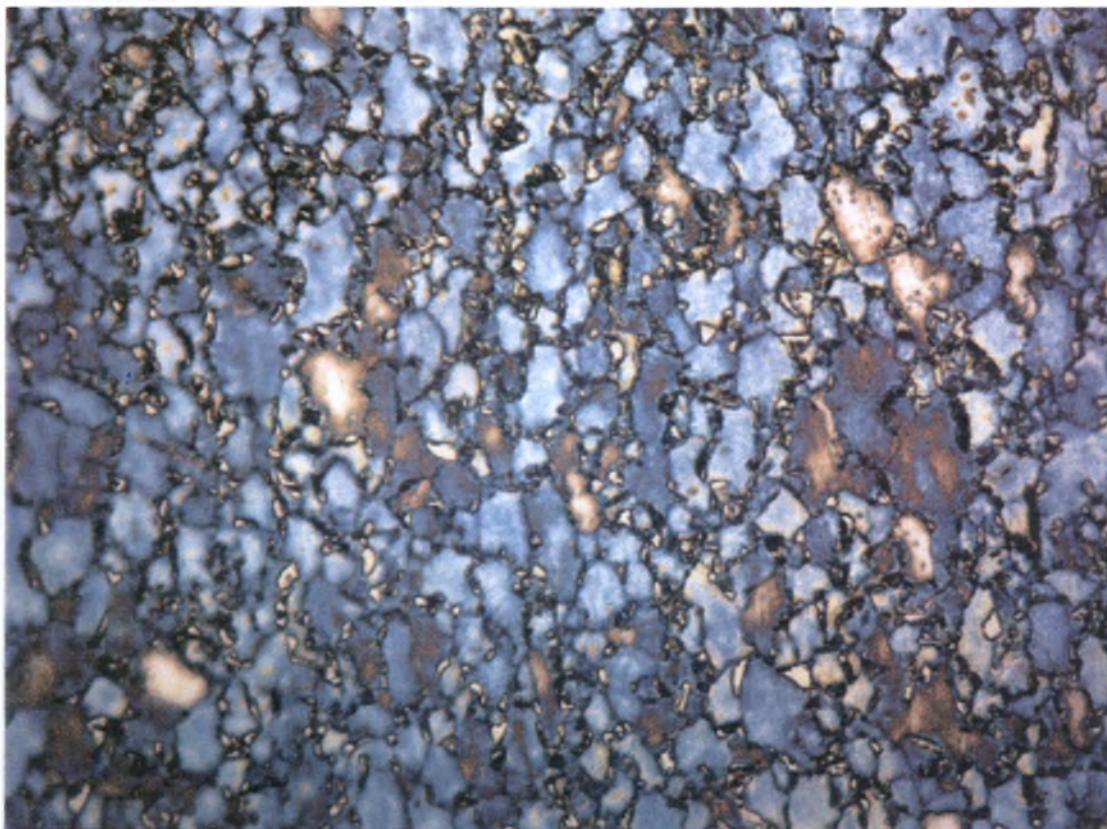


LePera, 1000x

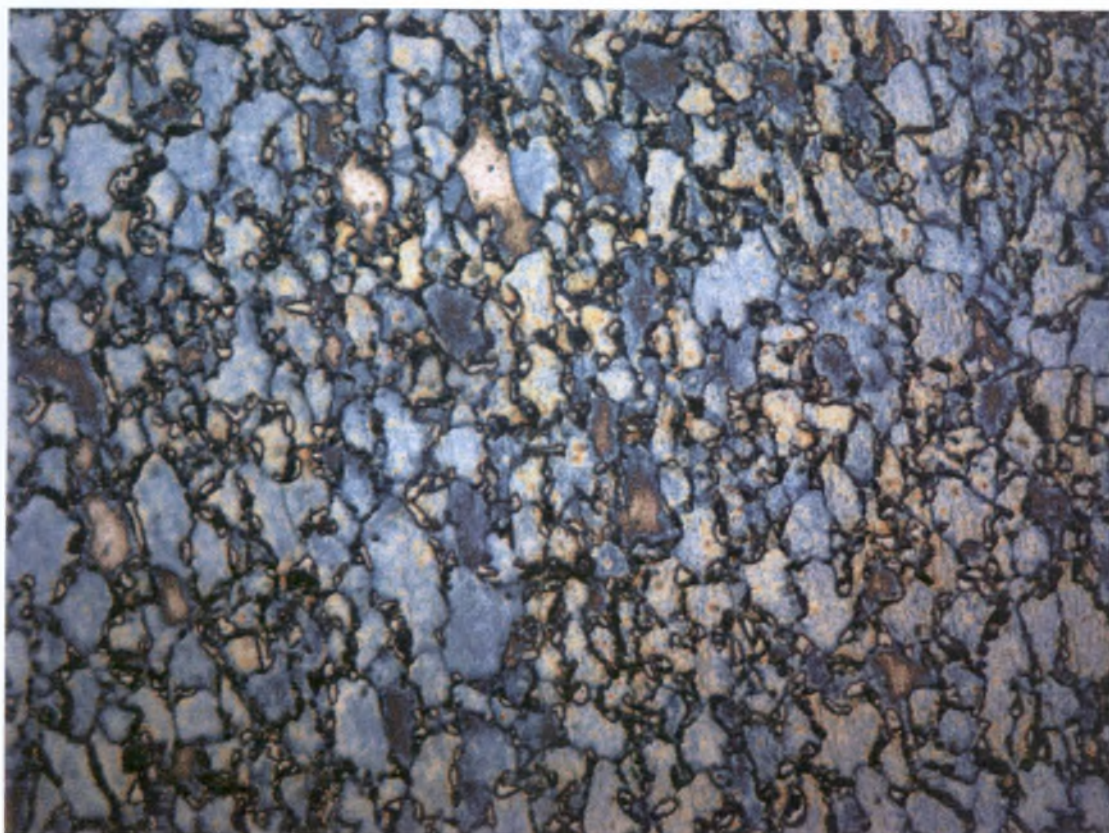


LePera, 1000x

❖ **Annealed**

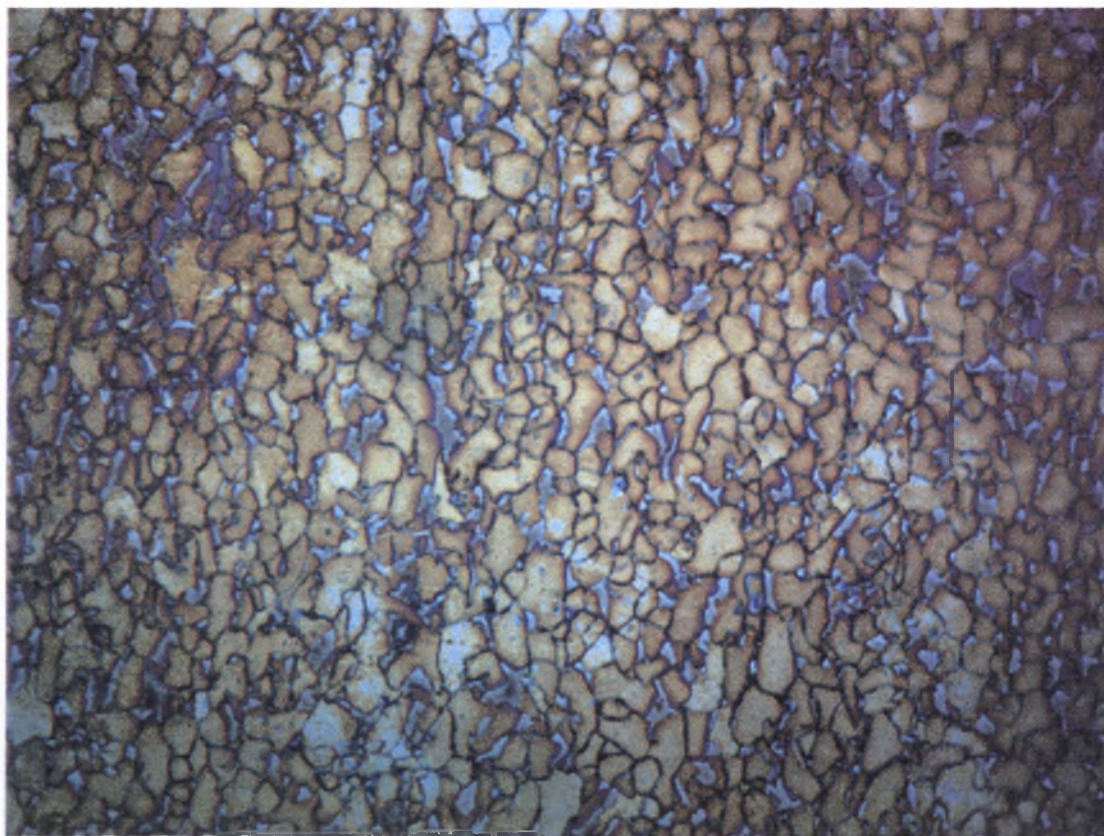


LePera, 1000x



LePera, 1000x

- **DP600**
❖ **Hot rolled**



LePera, 1000x

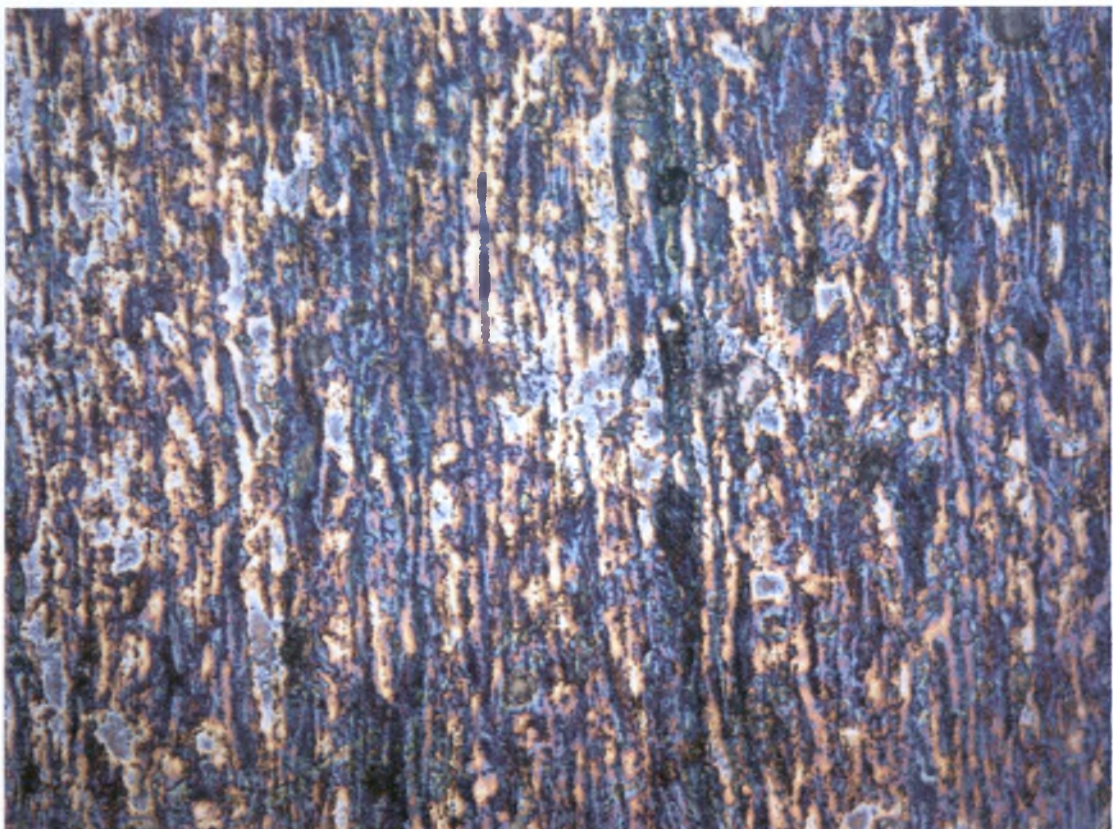
➤ **TRIP800**
❖ **Annealed**



Klemm I, 1000x

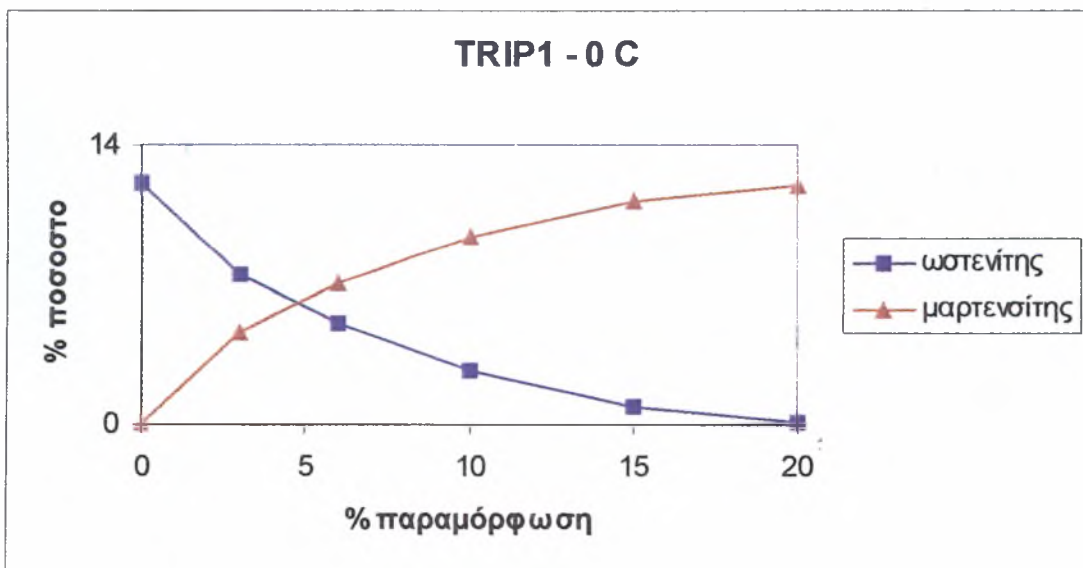
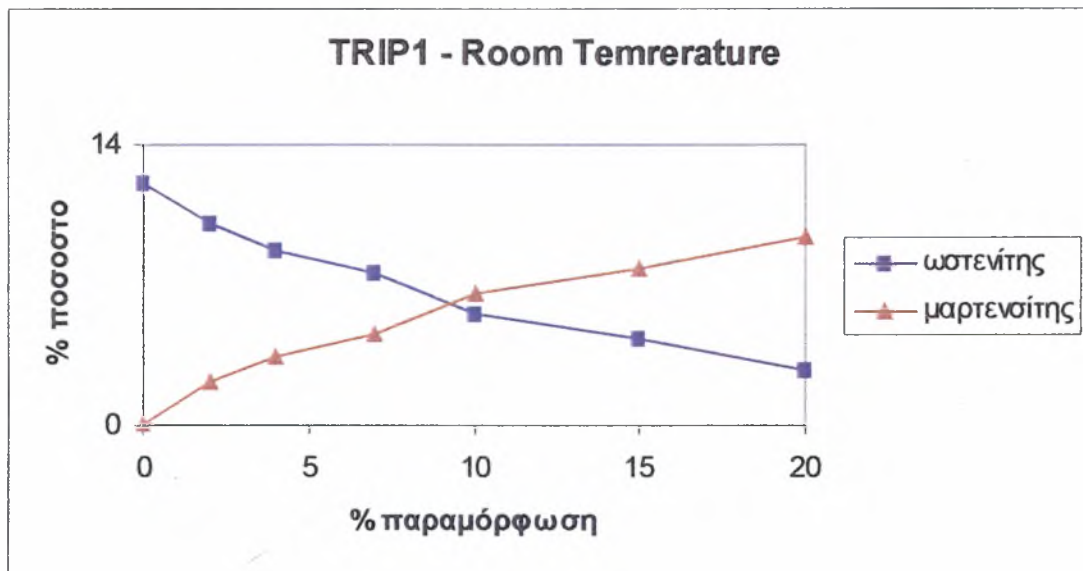


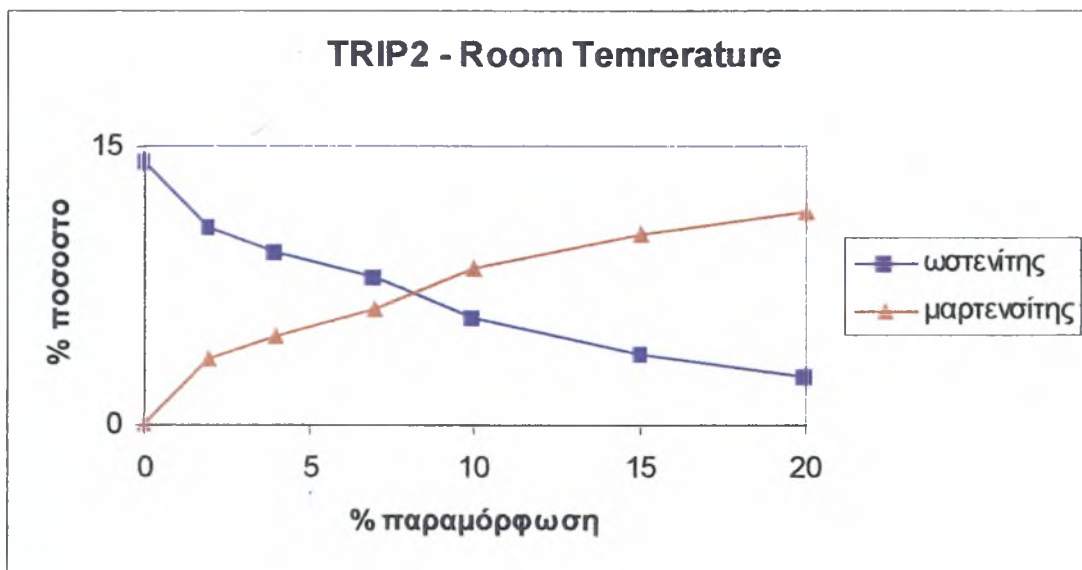
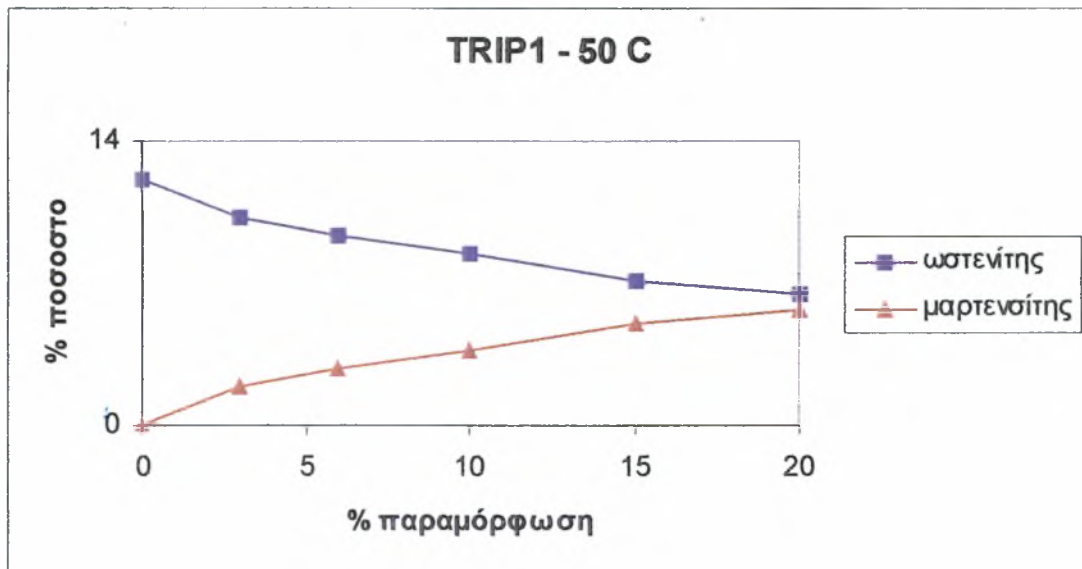
Klemm I, 1000x

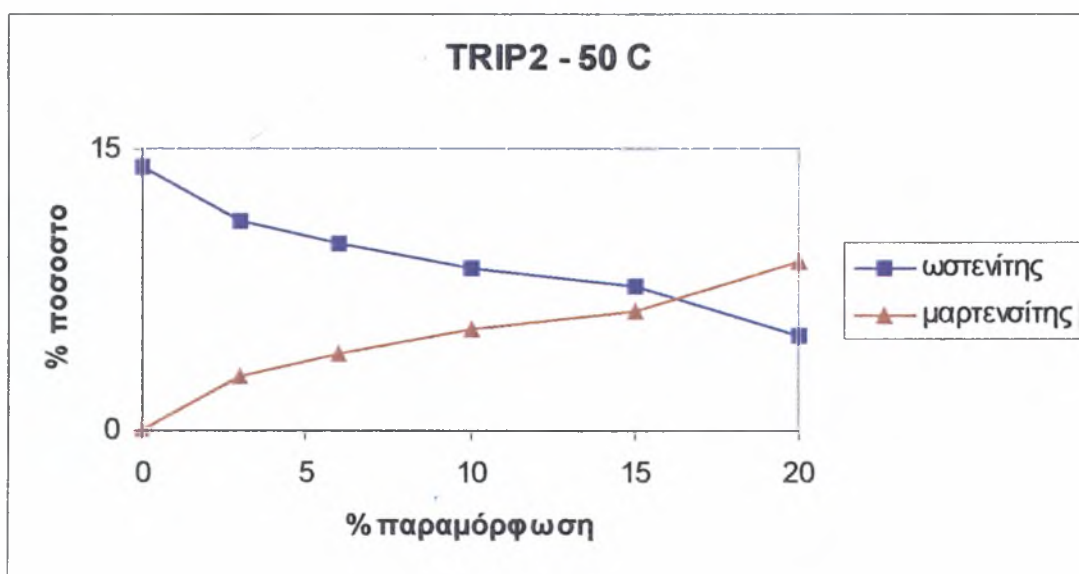
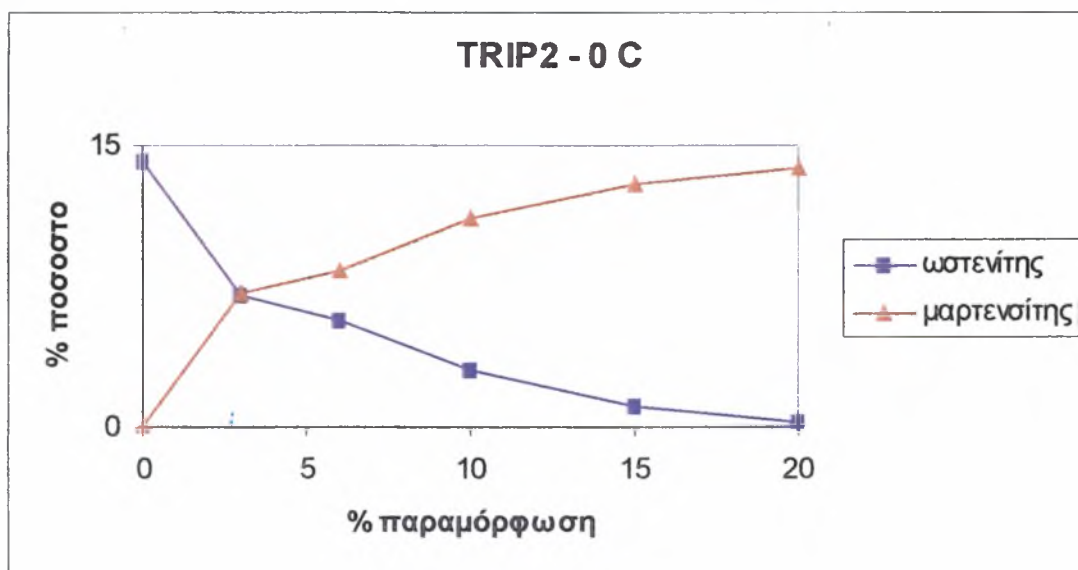
❖ **Full hard****Klemm I, 1000x****Klemm I, 1000x**

Παράρτημα 2

Παρακάτω παρουσιάζονται τα απόλυτα ποσοστά μαρτενσίτη και ωστενίτη σε συνάρτηση με την επιβαλλόμενη παραμόρφωση στους χάλυβες TRIP1 και TRIP2 κατά την δόκιμη εφελκυσμού που παρουσιάστηκε στο Κεφάλαιο 3







ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Α. Βασιλάκος, Διδακτορική διατριβή, 2001, Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας Βόλος, Ελλάδα
- [2] Γ. Ν. Χαϊδεμενόπουλος, “Φυσική Μεταλλουργία: Θεμελιώδεις Αρχές”, 2000, Πανεπιστημιακές Εκδόσεις Θεσσαλίας
- [3] R. E. Cech and D. Turnbull, Trans. AIME, 206 (1956) p.124
- [4] G. B. Olson and M. Cohen, Metallurgical Transactions A, 7A (1976) p. 1987 – 1923
- [5] M. Erdogan / Scripta Materialia 48 (2003) p. 501–506
- [6] ECSC Project 7210 – PR – 370, “Control and exploitation of the bake – hardening effect in multi – phase high – strength steels”, 1st annual report, 2002
- [7] J. Ohlert, Ph. D. Thesis, 2002, IEHK/RWTH Aachen, Germany
- [8] F. Van der Voort, “Metallography: Principles and Practice”, ASM Intl., Materials Park, Ohio, 1999
- [9] E. Weck – E. Leistner, “ Metallographic instructions for color etching by immersion: Part II: Beraha colour etchants and their different variants”, 1983, Volume 77/II, German Welding Society
- [10] E. Weck – E. Leistner, “ Metallographic instructions for color etching by immersion: Part I: Klemm colour etching”, 1982, Volume 77, German Welding Society
- [11] F. S. LePera, “Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high – strength Dual – Phase steels”, Journal of Metals, 32 (1980) p 38-39
- [12] Amar K. De et al, “Color Tint – Etching for Multiphase steels”, Advanced Materials & Processes/ February 2003, p 27–30